



Ana Rita Loureiro Rodrigues Alves

Licenciada em Ciências da Engenharia de Materiais

Estudo do efeito de tratamentos térmicos nas propriedades térmicas e mecânicas de três limas endodônticas: MTwo, K3 e K3XF

Dissertação para obtenção do Grau de
Mestre em Engenharia de Materiais

Orientador: Professor Doutor Francisco Manuel Braz
Fernandes, Professor Associado com
Agregação,
Faculdade de Ciências e Tecnologia da
Universidade Nova de Lisboa

Co-orientador: João Pedro de Sousa Oliveira, Mestre em
Engenharia de Materiais,
Faculdade de Ciências e Tecnologia da
Universidade Nova de Lisboa

Júri:

Presidente: Professor Doutor João Paulo M. R. Borges
Arguente: Professora Doutora Rosa Maria M. Miranda
Vogal: Professor Doutor Francisco M. Braz Fernandes



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro, 2015

Estudo do efeito de tratamentos térmicos nas propriedades térmicas e mecânicas de três limas endodônticas: MTwo, K3 e K3XF

Copyright © Ana Rita Loureiro Rodrigues Alves, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade NOVA de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade NOVA de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Aos meus pais

Agradecimentos

Em primeiro lugar, quero agradecer ao Professor Doutor F.M. Braz Fernandes por toda a disponibilidade e atenção que me dedicou, pela constante simpatia sempre demonstrada quando me via bater à sua porta com dúvidas. Para além de um bom orientador é um excelente Professor e uma das pessoas que me inspirou e incentivou no meu gosto e curiosidade por esta área da Engenharia de Materiais.

Em segundo lugar, quero agradecer ao Mestre em Engenharia de Materiais João Pedro Oliveira também pela disponibilidade, por toda a ajuda nos momentos mais problemáticos, pelas explicações, pela ajuda no manuseamento dos equipamentos, pela troca de opiniões e sobretudo pela paciência que teve.

Agradeço também à Doutora Ângela Machado pela colaboração, por me ter disponibilizado alguns dos seus resultados e pelo apoio no trabalho inicial.

À Andreia Lopes pela organização que implementou na utilização dos equipamentos e à Patrícia Rodrigues pelo sorriso e simpatia constantes!

Ao Prof. Dr. Rui Silva, por ser um ótimo professor e por me fazer gostar da área da Metalurgia desde cedo.

Ao Prof. Dr. João Lourenço, do Departamento de Informática da FCT/UNL quero agradecer pelo tempo disponibilizado e por toda a paciência que teve, respondendo às minhas dúvidas sobre o LaTeX.

Agradeço à FCT, ao Departamento de Ciências dos Materiais e ao CENIMAT, em particular ao Projecto NiTi-Fail (PTDC/EME-PME/122795/2011) pelo financiamento.

Aos meus colegas e amigos: À Susana Marques. À Mariana Oliveira obrigada por todas as conversas, pela atenção e acima de tudo pela companhia e bons momentos. Ao David Sousa, obrigada pelas conversas, pelo apoio e pela companhia aos almoços.

À minha super amiga, Micaela Pereira, um OBRIGADA do tamanho do mundo! Obrigada pelo apoio incondicional, na tese e em tudo! Obrigada por mostrares que estás aqui para ficar, e POR TUDO mesmo, és preciosa.

Agradeço também ao Filipe Silvestre e ao Anselmo Gomes, ao Pedro Baião e à Patrícia Moleiro. Em especial à Rute Almeida, uma das melhores pessoas que já conheci e ao Ricardo Marreiros, obrigada por todas as histórias com polvos e armas (entre outras) e pelo companheirismo ao longo destes anos.

Agradeço às Marias que estiveram presentes. Agradeço à melhor direção de sempre! À Lara, à Joana S. por todos os momentos e dores que partilhámos e um grande obrigada à Joana T. por ter sido um Girassol para mim.

Aos meus amigos de sempre: Ao Almeno e ao Moraes. Ao Daniel, por ter estado presente em todos os momentos importantes e pela força que me transmitiu sempre. Ao João Godinho (não há palavras que cheguem), agradeço pela pessoa que é e pela pessoa que me ajudou a ser. Agradeço pela calma e pela força que me transmitiu e por todo o apoio ao longo destes anos. OBRIGADA POR TUDO!

Agradeço ao Fernando Ferreira o apoio, a companhia, a infinita compreensão, pelo que aturou e por me ter ouvido quando mais precisei. Pela insistência e pela coragem =P Agradeço o tantum verde, as idas ao Mac e os passeios ao Sol. <3

Por fim, agradeço à minha família em geral, pela compreensão que tiveram com a minha ausência ao longo deste tempo. À minha TIA Tété pelos bons pitéus. À minha tia Guida e ao meu primo Pedro pela boa disposição. Ao meu primo André pelas histórias e momentos surreais que faz o prazer de proporcionar.

Ao Eddie, pelo carinho e por estar sempre disposto a ouvir-me e a aturar-me (sem outro remédio).

Mais que tudo, agradeço do fundo do coração à minha Madrinha por tudo o que fez por mim em toda a minha vida e por me ter acompanhado de uma maneira que não é explicável desde que nasci até agora!

Aos meus pais, agradeço do fundo do coração pela paciência, pelo amor, pela compreensão e por terem patrocinado por completo esta longa etapa que termina com a realização desta tese. Agradeço muito por me terem proporcionado esta oportunidade e que eu sei que não foi fácil. Fico por aqui porque não há palavras suficientes para mostrar a minha gratidão.

Resumo

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de tratamentos térmicos sobre as temperaturas de transformação de fase e no comportamento mecânico de três limas endodônticas: MTwo#30(.05), K3#30(.04) e K3XF#30(.04).

As limas em estudo foram sujeitas a tratamentos térmicos entre 250 e 400°C durante 1 h, seguidos de têmpera em água. Foi realizada análise térmica para determinar as temperaturas de transformação de fase. As propriedades mecânicas das limas foram testadas recorrendo a equipamentos que tentam simular o canal do dente, para testar a lima quando sujeita a esforços de torção (dispositivo desenvolvido pela maestranda) e de flexão combinada com rotação (dispositivo já existente). Foram também explorados resultados obtidos em estudos anteriores relacionados com a caracterização estrutural das limas, com recurso à radiação de sincrotrão: sem qualquer esforço aplicado e sob flexão.

Os tratamentos térmicos alteraram as temperaturas de transformação de fases, sendo que estas aumentaram com o aumento da temperatura de tratamento térmico. Tendo em conta o comportamento mecânico, a lima K3XF é a que apresenta maiores ângulos de torção até à fratura, no entanto a MTwo é a que apresenta menores valores de momento de torção até à fratura. A lima K3 é a que apresenta o maior número de ciclos até à fratura.

Palavras-chave: (NiTi) (Limas Endodônticas) (Tratamentos Térmicos) (Fadiga por ciclagem) (Testes de torção) (Análise Térmica)

Abstract

The purpose of this study was to evaluate the effect of heat treatments on the transformation temperatures and mechanical behaviour of three endodontic files: MTwo#30(.05), K3#30(.04) and K3XF#30(.04).

The files studied were subjected to heat treatments between 250 and 400°C for 1 h followed by water quenching. Thermal analysis was performed to measure the values of phase transformation temperatures while the mechanical properties were tested using equipment that attempted to simulate the tooth canal, in order to test the behaviour of file when subjected to torsion (device developed by the student) and when subjected to bending combined with rotation (existing device). Results achieved in previous studies related to structural characterization of the files using synchrotron radiation was also explored: without any effort applied and with bending stress.

The heat treatments changed the values of phase transformation temperatures and these were found to be higher, as the heat treatment temperature increases. Concerning the mechanical tests, the K3XF file showed the highest angle values to fracture, however MTwo is the one with lower torque values. The K3 file is the one with the largest number of cycles to fracture.

Keywords: (NiTi) (Endodontic Files) (Heat Treatment) (Cyclic fatigue) (Torsional test) (Thermal analysis)

Índice

Lista de Figuras	xv
Lista de Tabelas	xix
Glossário	xxi
1 Introdução	1
1.1 Enquadramento	1
1.2 Limas Endodônticas	1
1.3 Tratamentos Térmicos	3
1.3.1 Fase-R	4
1.4 Geometria das limas	5
2 Materiais e Métodos	7
2.1 Materiais	7
2.1.1 Geometria das Limas	7
2.2 Métodos	8
2.2.1 Tratamentos Térmicos	8
2.2.2 Análise Térmica	8
2.2.3 Análise Mecânica	9
2.2.4 Análise Estrutural	9
3 Resultados e Discussão	11
3.1 Análise Térmica por DSC	11
3.2 Análise Mecânica	20
3.2.1 Ensaios de Ciclagem em Torção	20
3.2.2 Ensaios de Rotação/Flexão	24
3.2.3 Resultados das Propriedades Mecânicas na Literatura	26
3.3 Análise Estrutural	27
4 Conclusões e perspectivas futuras	31
Referências	33
A Procedimento Experimental	39
A.1 Engenho para ensaio de torção	39
A.2 Engenho para ensaio rotação/flexão	41

B	Resultados da Análise Mecânica	43
B.1	Resultados dos ensaios de torção	43
B.2	Resultados dos ensaios de rotação/flexão	52

Lista de Figuras

1.1	Esquema de uma lima endodôntica em serviço (adaptado de [16])	2
1.2	Diagrama de fases NiTi, para a zona de composição equiatômica (adaptado de [27])	3
1.3	Curva Tempo-Temperatura-Transformação para o sistema NiTi, para a zona de composição equiatômica (adaptado de [12])	4
1.4	Variação da temperatura de início de transformação martensítica (M_i) com a composição da matriz da liga NiTi (adaptado de [12])	4
2.1	Esquema das limas MTwo e K3XF, mostrando as zonas de estudo das limas e as suas geometrias (adaptado de [37, 38])	7
2.2	Esquema do 1º ciclo térmico	8
2.3	Esquema do ciclo térmico interrompido	8
3.1	Curvas de análise por DSC, para a lima MTwo para cada um dos tratamentos térmicos	11
3.2	Evolução do valor das temperaturas de transformação de fase para cada tratamento térmico para a lima MTwo	12
3.3	Curvas de análise por DSC, para a lima K3 para cada um dos tratamentos térmicos	12
3.4	Evolução do valor das temperaturas de transformação de fase para cada tratamento térmico para a lima K3	12
3.5	Curvas de análise por DSC, para a lima K3XF para cada um dos tratamentos térmicos	13
3.6	Evolução do valor das temperaturas de transformação de fase para cada tratamento térmico para a lima K3XF	13
3.7	Comparação dos valores das energias associadas a cada uma das transformações de fase para a lima MTwo	15
3.8	Curvas de análise por DSC, para a lima MTwo para cada um dos tratamentos térmicos, com arrefecimento interrompido	15
3.9	Comparação dos valores das energias associadas a cada uma das transformações de fase para a lima K3	15
3.10	Curvas de análise por DSC, para a lima K3 para cada um dos tratamentos térmicos, com arrefecimento interrompido	15
3.11	Comparação dos valores das energias associadas a cada uma das transformações de fase para a lima K3XF	15

3.12	Curvas de análise por <i>DSC</i> , para a lima K3XF para cada um dos tratamentos térmicos, com arrefecimento interrompido	15
3.13	Cálculo da energia associada a cada uma das transformações de fase, para a lima MTwo com o TT de 300 °C/1 h.	16
3.14	Curva de <i>DSC</i> da lima MTwo para comparação entre o TT realizado no forno e no <i>DSC</i> para o TT de 250 °C	17
3.15	Curva de <i>DSC</i> da lima MTwo para comparação entre o TT realizado no forno e no <i>DSC</i> para o TT de 300 °C	17
3.16	Curvas de <i>DSC</i> da lima MTwo para comparação entre o TT realizado no forno e no <i>DSC</i> para o TT de 350 °C	17
3.17	Curvas <i>DSC</i> obtidas para as diferentes limas (CR) durante a rampa de aquecimento até 400 °C	18
3.18	Curvas <i>DSC</i> obtidas para as diferentes limas (após TT a 400 °C) durante a rampa de aquecimento até 400 °C	18
3.19	Amplitude angular não recuperada pela lima MTwo com os diferentes TT . . .	20
3.20	Valores do ângulo máximo até à fratura por torção para as limas MTwo com os diferentes TT	20
3.21	Amplitude angular não recuperada pela lima K3 com os diferentes TT	21
3.22	Valores do ângulo máximo até à fratura por torção para as limas K3 com os diferentes TT	21
3.23	Amplitude angular não recuperada pela lima K3XF com os diferentes TT . . .	21
3.24	Valores do ângulo máximo até à fratura por torção para as limas K3XF com os diferentes TT	21
3.25	Valores do ângulo de torção até à fratura para cada uma das limas analisadas	22
3.26	Valores do torque máximo à fratura para cada uma das limas analisadas . . .	23
3.27	Valores da amplitude angular não recuperada para cada uma das limas analisadas	23
3.28	Valores do torque máximo na fratura para cada uma das limas analisadas . . .	24
3.29	Resultados dos ensaios de rotação/flexão: valores do NCF para cada uma das limas e respetivos TT	25
3.30	Curvas <i>DSC</i> da lima MTwo com a marcação da temperatura a que foi realizado o ensaio de rotação/flexão	25
3.31	Curvas <i>DSC</i> da lima K3 com a marcação da temperatura a que foi realizado o ensaio de rotação/flexão	25
3.32	Curvas <i>DSC</i> da lima K3XF com a marcação da temperatura a que foi realizado o ensaio de rotação/flexão	25
3.33	Análise DRX da lima MTwo CR (preto), com TT 350 °C/1 h (verde) e 400 °C/1 h (vermelho)	27
3.34	Análise DRX da lima K3 CR (preto), com TT 350 °C/1 h (verde) e 400 °C/1 h (vermelho)	27

3.35	Análise DRX da lima K3XF CR (preto), com TT 350 °C/1 h (verde) e 400 °C/1 h (vermelho)	28
3.36	Análise DRX ao longo da lima MTwo sem esforço aplicado	28
3.37	Análise DRX ao longo da lima MTwo sob esforço de flexão	28
3.38	Análise DRX ao longo da lima K3 sem esforço aplicado	29
3.39	Análise DRX ao longo da lima K3 sob esforço de flexão	29
3.40	Análise DRX ao longo da lima K3XF sem esforço aplicado	29
3.41	Análise DRX ao longo da lima K3XF sob esforço de flexão	29
A.1	Engenho para a realização dos ensaios de torção	39
A.2	Ensaio de tração (F vs Deslocamento) ao fio de NiTi superelástico utilizado no engenho para a torção	40
A.3	Ensaio de tração (Tensão vs Extensão) ao fio de NiTi superelástico utilizado no engenho para a torção	40
A.4	Imagem do Excel para exemplo do cálculo, com a influência do fio	40
A.5	Imagem de perfil do engenho para a realização dos ensaios de torção	41
A.6	Engenho para a realização da Rotação/Flexão (adap. de [35])	41
B.1	Ensaio de torção à lima MTwo como recebida	43
B.2	Ensaio de torção à lima MTwo com TT de 250 °C/1 h	44
B.3	Ensaio de torção à lima MTwo com TT de 300 °C/1 h	44
B.4	Ensaio de torção à lima MTwo com TT de 350 °C/1 h	45
B.5	Ensaio de torção à lima MTwo com TT de 400 °C/1 h	45
B.6	Ensaio de torção à lima K3 como recebida	46
B.7	Ensaio de torção à lima K3 com TT de 250 °C/1 h	46
B.8	Ensaio de torção à lima K3 com TT de 300 °C/1 h	47
B.9	Ensaio de torção à lima K3 com TT de 350 °C/1 h	47
B.10	Ensaio de torção à lima K3 com TT de 400 °C/1 h	48
B.11	Ensaio de torção à lima K3XF como recebida	48
B.12	Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 250 °C/1 h	49
B.13	Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 300 °C/1 h	49
B.14	Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 350 °C/1 h	50
B.15	Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 400 °C/1 h	50
B.16	Ensaio de torção à lima MTwo como recebida, no sentido anti-horário	51

Lista de Tabelas

3.1	Número de ensaios realizados para cada uma das limas	20
3.2	Resultados de ensaios mecânicos na literatura	26
B.1	Resultados dos ensaios de rotação/flexão	52

Glossário

A_f Temperatura de fim de transformação em austenite (transformação inversa) .

A_s Temperatura de início de transformação em austenite (transformação inversa) .

B19' Designação da estrutura monoclinica da martensite no sistema NiTi .

B2 Designação da estrutura cúbica da austenite no sistema NiTi .

CR Limas Como Recebidas .

DRX Difração de Raios-X .

DSC *Differential Scanning Calorimetry* - Calorimetria Diferencial de Varrimento .

EMF Efeito de memória de forma .

M_f Temperatura de fim de transformação em martensite (transformação direta) .

M_s Temperatura de início da transformação em martensite (transformação direta) .

NCF Número de ciclos até à fratura da lima .

NiTi Composto intermetálico do sistema Níquel-Titânio .

R_f Temperatura de fim de transformação da fase-R (transformação direta) .

R_s Temperatura de início de transformação da fase-R (transformação direta) .

SE Superelasticidade .

TT Tratamento(s) térmico(s) .

Introdução

1.1 Enquadramento

O estudo das limas endodônticas vem no seguimento de trabalhos já desenvolvidos nesta área que mostram o efeito dos tratamentos térmicos quer nas propriedades térmicas como nas propriedades mecânicas das limas. Tentou-se criar em laboratório situações semelhantes às que as limas são sujeitas quando em serviço, a fim de poder estudar o seu comportamento. As limas estudadas neste trabalho foram três limas endodônticas: MTwo#30(.05), K3#30(.04) e K3XF#30(.04), pois são limas relativamente recentes e que têm vindo a ser estudadas pelo grupo de trabalho que integro. Estas limas diferenciaram-se na sua geometria de secção reta (MTwo vs K3/K3XF) e no diferente processamento no fabrico (K3 vs K3XF). Desta forma, existe a possibilidade de comparar as limas em questões de natureza geométrica e de processamento. Questões que foram levantadas durante esses estudos (em particular a escolha de temperaturas para o tratamento térmico da lima e a sua influência) vão ser objeto de estudo no decorrer deste trabalho.

1.2 Limas Endodônticas

Ao longo dos tempos a necessidade da evolução dos materiais tem sido notória. Cada vez mais os materiais têm de acompanhar as necessidades das pessoas e tentar que estas tenham uma melhor qualidade de vida. Os materiais ligados à medicina são muito importantes para cumprir este objetivo, sendo que a medicina dentária é uma área onde existe cada vez mais procura.

As limas endodônticas de níquel-titânio (Ni-Ti) são utilizadas há mais de três décadas, substituindo as de aço inoxidável, visto apresentarem uma maior capacidade de flexão e de torção, associadas a um maior tempo de vida do instrumento [1–3]. Estas ligas apresentam, para uma baixa tensão uma grande capacidade de deformação que pode ser recuperada (em comparação com outras ligas metálicas), o que é vantajoso pois permite ao instrumento deformar facilmente com a entrada no canal [3–5]. Todas estas características em simultâneo tornam-se interessantes tendo em conta o objetivo do componente, visto que os canais dos dentes são curvos e o instrumento em serviço está sujeito a uma rotação em simultâneo com a flexão. Desde essa data até aos dias de hoje as limas endodônticas têm vindo a ser tema de estudo, a fim de melhorar o seu desempenho [3, 5–8].

Um dos aspetos mais importantes é a determinação da fase cristalográfica presente/estável

à temperatura de trabalho destes componentes (tendo em conta que a temperatura bucal é cerca de 37 °C), visto que esta irá determinar o comportamento do mesmo. Estas ligas, com composição aproximadamente equiatômica (50-55 at% Ni e 45-50 at% Ti), [3, 9–11] apresentam duas propriedades funcionais características: a superelasticidade (SE) e o efeito de memória de forma (EMF). Estes ocorrem devido à reversibilidade entre as fases cristalográficas presentes neste sistema, austenite e martensite. Esta reversibilidade pode ocorrer devido a alterações de temperatura e/ou por processos mecânicos. Por exemplo, quando a lima se encontra austenítica e sofre esforços de flexão ocorre a formação de martensite induzida por tensão, que quando o esforço é retirado volta à fase austenítica. A primeira fase descrita, é a fase de alta temperatura com estrutura B2 de simetria cúbica, e a segunda fase é a de baixa temperatura, com estrutura B19' de simetria monoclinica. É importante ter presente que o objetivo é que os componentes em estudo apresentem a fase austenítica estável, à temperatura de trabalho [10, 12–15]. Entre as fases de alta e baixa temperatura pode por vezes ocorrer uma fase intermédia, designada de fase-R que resulta de uma distorção do tipo trigonal da fase de alta temperatura.

O principal problema da utilização destas ligas como instrumentos endodônticos, é que as mesmas apresentam um alto risco de fratura. Esta fratura ocorre devido aos ciclos repetidos de rotação acompanhada de esforços de flexão e torção (devido à curvatura do canal) (Figura 1.1).

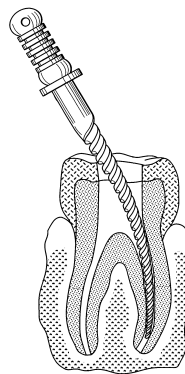


Figura 1.1: Esquema de uma lima endodôntica em serviço (adaptado de [16])

Existem duas principais razões para a ocorrência de fratura da lima: por fadiga devido à rotação/flexão e por torção. A fratura por fadiga ocorre quando a lima é submetida a ciclos sucessivos de alternância entre forças de compressão e de tração o que leva a uma fadiga estrutural devido à reversibilidade de fases entre a austenite e a martensite, e consequentemente à quebra da lima. A fratura por torção ocorre quando a ponta da lima entra numa zona do canal mais estreita, ficando aprisionada e deixa de conseguir acompanhar a rotação imposta. Neste caso, a lima ultrapassa o seu limite elástico e deforma plasticamente, acabando no limite por quebrar. Ambas as possíveis falhas são difíceis de prever pois a lima poderá não apresentar sinais de deformação visíveis. Tendo em conta a literatura, a percentagem de ocorrência de cada um dos casos não é consensual, no

entanto é comum a afirmação que a falha por fadiga em rotação/flexão apresenta maior probabilidade de ocorrência. [15, 17–19].

As limas endodônticas de Ni-Ti presentes no mercado, apresentam várias características diferentes: a sua composição; o tipo de fabrico; e o design (geometria e conicidade). Todas estas características influenciam as propriedades mecânicas e consequentemente o comportamento do componente. Quando se comparam limas têm de ser tidas em conta todas estas características [7, 11, 20–25].

1.3 Tratamentos Térmicos

Para um melhor desempenho destes componentes (a nível mecânico) é vantajosa a realização de tratamentos térmicos. As ligas ligeiramente ricas em Ni mostram interesse para a realização de tratamentos térmicos pois o limite de solubilidade varia acentuadamente, o que resulta numa alteração da composição química do componente, através da formação de precipitados (Fig. 1.2). Os compostos intermetálicos formados serão ricos em Ni, podendo ser Ni_4Ti_3 , Ni_3Ti_2 e Ni_3Ti , dependendo da temperatura do tratamento térmico e do seu tempo de estadia a essa temperatura (Fig. 1.3). Em conclusão, a formação destes precipitados acaba por, indiretamente, modificar os valores das temperaturas de transformação das respetivas fases [12, 26]. Através da Fig. 1.4 pode ver-se que uma pequena alteração na composição da matriz deste tipo de ligas leva a uma alteração significativa das temperaturas de transformação de fase.

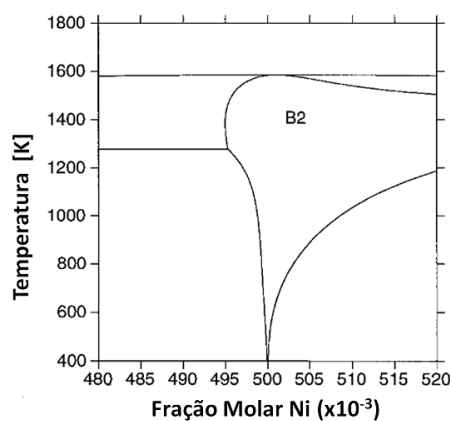


Figura 1.2: Diagrama de fases NiTi, para a zona de composição equiatômica (adaptado de [27])

O método de fabrico das limas endodônticas influencia as temperaturas de transformação, devido aos tratamentos termomecânicos e de superfície a que estas estão sujeitas. Esta é a razão pela qual um tratamento térmico posterior pode mostrar-se vantajoso, pois pode permitir um aumento do tempo de vida da lima, conseguido através de fenómenos térmicos. Já foi comentada a possibilidade de modificação das temperaturas de início e fim de transformações de fase (M_s, M_f, A_s, A_f), tendo em conta que A_f deve ter valores abaixo

da temperatura bocal, garantindo que o componente não fica com presença de martensite residual em serviço. Para além disso pode ter-se relaxação de tensões e eliminação de defeitos, o que pode proporcionar um melhor desempenho em termos de resistência à fadiga e à torção, até à fratura do material [28].

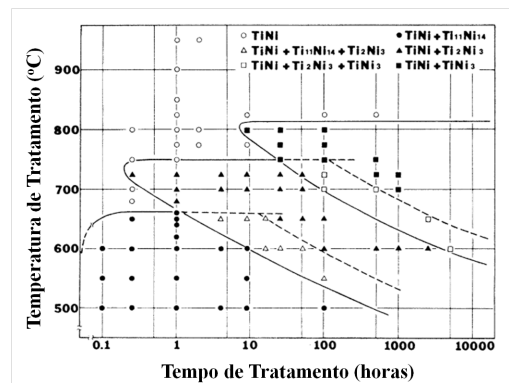


Figura 1.3: Curva Tempo-Temperatura-Transformação para o sistema NiTi, para a zona de composição equiatômica (adaptado de [12])

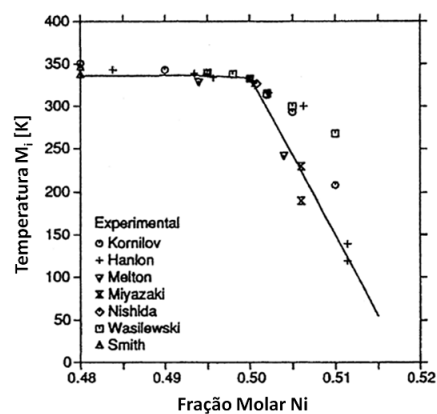


Figura 1.4: Variação da temperatura de início de transformação martensítica (M_i) com a composição da matriz da liga NiTi (adaptado de [12])

Através das Figuras 1.2 e 1.3 pode ver-se a que temperaturas o tratamento térmico pode ser mais favorável e pode influenciar as temperaturas de transformação. Nos estudos revistos as temperaturas escolhidas encontram-se habitualmente entre os 300 °C e 600 °C. O tempo de permanência do material pode ser entre 30 minutos e 60 minutos. Os fornos utilizados podem ser ao ar, em vácuo ou em atmosfera inerte, mas no final deve ter-se em atenção como cada atmosfera pode influenciar o componente [10, 14, 15, 26, 29, 30].

1.3.1 Fase-R

Como já referido, para além das duas principais fases cristalográficas, pode ter-se a presença de fase-R. Esta fase pode ocorrer, entre as transformações de austenite para martensite, ou vice-versa (em que temos R_s e R_f em ambos os sentidos de transformação). Resumindo, as transformações podem dar-se numa só etapa ($B2 \rightarrow B19'$ ou $B19' \rightarrow B2$), ou o mais usual, por etapas ($B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ ou $B19' \rightarrow R \rightarrow B2$) [12, 31, 32].

Algumas limas passam por processos térmicos que lhe conferem a presença desta estrutura cristalina, a fase-R. A formação de fase-R é favorecida pela presença de Ni_4Ti_3 que provoca uma distorção na rede cristalina entre as transições de fase. Por sua vez também há a formação de pontos de maior tensão em volta destes precipitados [32]. Estudos recentes mostram que a presença de fase-R confere às limas endodônticas uma maior flexibilidade para uma menor força e uma maior resistência à fadiga do que as tradicionais limas de NiTi [21, 31, 33, 34]. Outros, mencionam como possíveis casos de estudo futuro, com o objetivo de melhorar o desempenho clínico, a influência dos tratamentos térmicos tendo em conta a hipótese da introdução de fase-R nestes instrumentos. [21, 35].

Algumas limas, realizadas com tecnologias recentes, apresentam fase-R perto da temperatura de trabalho. Estudos que comparam estas limas com outras sem fase-R presente, mostram que as novas limas apresentam maior resistência mecânica [21, 33, 34].

Miyai et al. (2006) [36], mostra que as temperaturas de transformação são alteradas com tratamentos térmicos assim como as suas propriedades mecânicas que são melhoradas. Shen et al. (2013) [34] compara duas limas com a mesma geometria em que relaciona as suas propriedades mecânicas (torção e flexão) com as propriedades térmicas (M_s , M_f , A_s e A_f). Faz ainda análise estrutural por difração de raios-X para confirmar a presença da austenite. Yahata et al.(2009) relaciona as temperaturas de transformação de fase com as temperaturas dos tratamentos térmicos, concluindo que o aumento de umas aumenta as outras. Reconhece a presença de fase-R nas curvas de análise térmica realizada. Compara os resultados térmicos com os mecânicos que obteve determinando qual a relação dos tratamentos térmicos com os valores de momento de flexão à fratura, e maior tempo de vida dos instrumentos analisados. Zinelis et al. (2007) [14] e Ebihara et al. (2011) [30] assim como Ha et al. (2013) [21] e Lopes et al. (2013) [33] fazem o mesmo tipo de análise mas tendo em conta diferentes limas. No caso dos dois últimos referenciados têm em conta um tratamento denominado "*R-phase technology*" num tipo de lima mais recente no mercado. A grande diferença nos diferentes trabalhos são os diferentes tipos de limas analisados, assim como a sua geometria.

1.4 Geometria das limas

Vários estudos demonstram que a geometria da secção transversal das limas endodônticas, assim como a sua conicidade e o seu diâmetro nominal, têm muita influência nas suas propriedades mecânicas [11, 18, 20, 22, 23, 25].

Alguns autores tentam fazer relações entre estas propriedades: é esperado que quanto maior o diâmetro destes instrumentos, maior a área da secção transversal e consequentemente maior o valor do torque máximo. No entanto quando mais fina a lima, maior a flexibilidade. Espera-se que quanto maior for a conicidade e o diâmetro nominal, maior

será a resistência à flexão. [11, 18, 23, 25].

Tendo em conta todas estas características torna-se difícil comparar os resultados entre limas com geometrias e/ou conicidades diferentes. É importante lembrar que os testes são realizados em laboratório e embora se tente que as condições sejam as mais semelhantes com os casos clínicos, na realidade os canais dos pacientes são todos diferentes, assim como cada um dos tratamentos que o médico escolhe aplicar. Há muitas variações na curvatura ou diâmetro do canal do dente do paciente, entre outras implicações.

Em conclusão, olhando para todos os estudos pode ver-se que os erros associados aos resultados mecânicos são bastante grandes. Isso mostra que é difícil padronizar os resultados e em alguns casos são mesmo muito dispares os valores associados ao momento da fratura, visto depender de tantos fatores diferentes [11, 18, 25].

Materiais e Métodos

2.1 Materiais

Foram utilizadas três tipos de limas de NiTi distintas, com diferentes geometrias, mas com o mesmo valor de diâmetro de ponta (Figura 2.1): MTwo #30(.05) (VDW GmbH, Germany), K3 #30(.04) (SybronEndo, Mexico) e K3XF #30(.04) (SybronEndo, Mexico).

2.1.1 Geometria das Limas

A geometria das limas está relacionada com a secção transversal que apresentam [18, 20, 23]. O diâmetro nominal, ou D0, corresponde ao tamanho da ponta do instrumento, este diâmetro é indicado pelo fornecedor na embalagem [19]. As limas apresentam uma zona cônica (zona trabalhada da lima) e é nessa zona que se pode definir a conicidade das limas, também conhecida como *Taper*, que é a diferença entre os diâmetros milímetro a milímetro. Este número é também indicado pelo fornecedor [19].

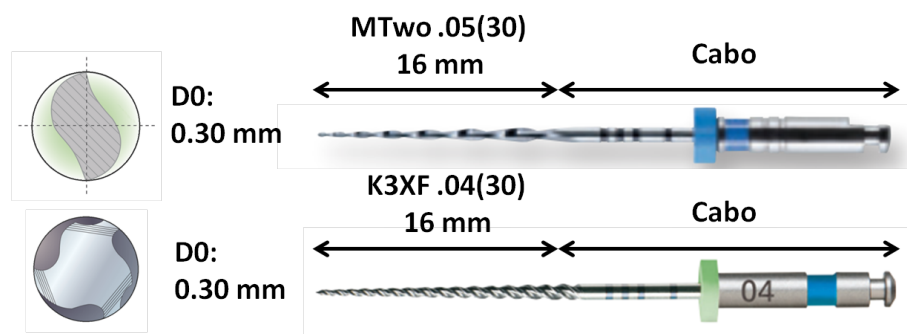


Figura 2.1: Esquema das limas MTwo e K3XF, mostrando as zonas de estudo das limas e as suas geometrias (adaptado de [37, 38])

Tendo em conta as limas utilizadas neste estudo sabe-se que a lima MTwo, apresenta uma conicidade variável ao contrário das restantes limas. Todas apresentam o mesmo diâmetro nominal #30, mas conicidades diferentes, a K3 e K3XF apresenta um valor de 0.04 e a MTwo de 0.05. As limas K3 e as K3XF são semelhantes geometricamente, diferem apenas no modo de processamento, é referido pelos fornecedores que a lima K3XF apresenta um tratamento denominado "R-phase technology"[37–39].

2.2 Métodos

2.2.1 Tratamentos Térmicos

As limas sofreram diferentes tratamentos térmicos (TT): 250, 300, 350 e 400 °C durante 60 minutos, com temperatura controlada por um termopar, num forno *TermoLab*. Para melhor controlo da temperatura o termopar foi colocado muito próximo das limas, sendo estas colocadas num porta-amostras refratário dentro do forno. Por fim sofreram um arrefecimento rápido (têmpera) em água à temperatura ambiente. A fim de comprovar se as temperaturas de tratamento térmico estariam a ser bem medidas, foram realizadas simulações dos TT em forno, no equipamento de DSC para temperaturas de 250, 300 e 350 °C, em que a velocidade de aquecimento e arrefecimento foi constante, de 10 °C/ min.

2.2.2 Análise Térmica

Para determinar as temperaturas de transformação utilizou-se a técnica de Calorimetria Diferencial de Varrimento (DSC - *Differential Scanning Calorimetry*) com recurso ao equipamento *Netsch DSC 204 F1 Phoenix*. O cabo de cada lima foi cortado em 3 pedaços de forma a alcançar um peso de aproximadamente 50 mg e colocado num cadinho de alumínio. Como referência o equipamento possui um outro cadinho de alumínio que permaneceu vazio. Ambos os cadinhos foram colocados num ambiente de azoto gasoso. Foram realizados dois tipos de análise: uma com um ciclo de arrefecimento até -150 °C e aquecimento até 100 °C (Figura 2.2) e uma outra, denominada por arrefecimento interrompido, em que a amostra no seu ciclo térmico foi arrefecida até -40 ou -30 °C e, novamente, aquecida até 100 °C (Figura 2.3). O equipamento regista a temperatura da amostra e o seu fluxo térmico por unidade de massa. As temperaturas de início e fim das respetivas transformações foram determinadas após a subtração da linha base.

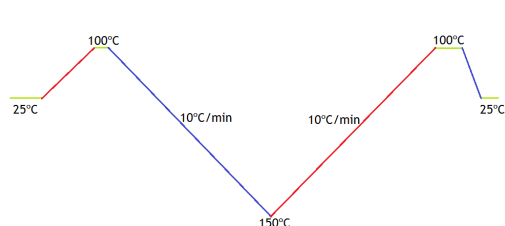


Figura 2.2: Esquema do 1º ciclo térmico

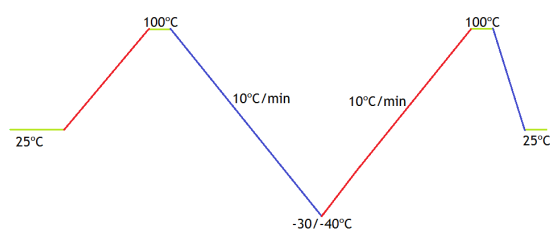


Figura 2.3: Esquema do ciclo térmico interrompido

Foram ainda realizados dois tipos de rampas de aquecimento: até 400°C a limas sem TT prévio e até 450 °C a limas com TT de 400 °C, com o objetivo de identificar fenómenos que possam ocorrer durante os TT.

2.2.3 Análise Mecânica

2.2.3.1 Ensaios de Torção

Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente (24 °C). Foi realizada ciclagem mecânica (10 ciclos entre 180 ° e 0 N de Força) seguida de torção até à fratura das limas. A torção e ciclagem das limas foram realizadas através de um engenho, utilizando a máquina de tração AUTOGRAPH SHIMADZU modelo AG500Kng equipado com SHIMADZU célula de carga do tipo SFL-50N AG. Como se pode ver na Figura A.1 (apêndice A) o engenho apresenta um sistema de aprisionamento da lima e um tambor, no qual se enrolou um fio que quando tracionado faz o sistema rodar de forma a torcer a ponta da lima que se encontra presa entre duas placas metálicas. O aprisionamento da lima foi feito a 3 mm da ponta e a velocidade de tração foi de 120mm/min o equivalente a 2rpm.

2.2.3.2 Ensaios de Rotação/Flexão

Todos os ensaios foram realizados a 37 °C. O controlo de temperatura foi realizado através da passagem de água num circuito ao longo de uma plataforma que simula o canal do dente a tratar. As limas foram sujeitas a um raio de curvatura de 10 mm. A flexão é imposta entre 1 a 2 mm da ponta, e a rotação imposta é de 300 r.p.m. utilizando um contra-ângulo 20:1 handpiece (WH, Austria) e um motor TC-Motor 3000. A lima foi lubrificada com vaselina. O tempo de rotação da lima até à sua fratura foi contabilizado através de um cronómetro. O número de ciclos à fratura (NCF) foi calculado através da multiplicação das rotações impostas pelo tempo total contabilizado. A distância da fratura à ponta foi medida com uma craveira (precisão de 0,05 mm). Na Figura A.6 (apêndice A) pode ver-se uma explicação do engenho mais detalhada. Este engenho foi desenvolvido e utilizado pelo Doutor Sancho Correia no desenvolvimento da sua tese de doutoramento [6, 35].

2.2.4 Análise Estrutural

A difração de raios-X (DRX) foi realizada nas limas como recebidas (CR), comparando as limas sem deformação com as fletidas. As limas fletidas foram deformadas com um tubo de vidro com um raio de curvatura de 10 mm. Os ensaios foram realizados na linha P-07 de PETRA-III (DESY, Hamburgo), utilizando radiação de sincrotrão (87 keV/0,1422 Å) em modo de transmissão e o feixe incidente foi perpendicular ao eixo de flexão da filma. As limas foram analisadas desde a ponta até ao cabo utilizando um feixe de dimensão 0,5x0,1 μm^2 e com um espaçamento entre dois pontos consecutivos de 0.25 mm. Um detetor 2D MAR3450 colocado a uma distância de 1090 mm da amostra, foi utilizado para capturar os anéis de *Debye-Scherrer*. Estes anéis foram integrados de 0 a 360 ° utilizando o *software* Fit2D. As limas com tratamentos térmicos, mas não deformadas, foram também comparadas com as CR.

Estas análises foram realizadas em duas campanhas, em Maio de 2012 e Dezembro de 2012 pelo Professor Doutor Francisco M. Braz Fernandes em conjunto com o Doutor Sancho Correia e com o Mestre em Engenharia de Materiais João Pedro Oliveira. O tratamento de resultados foi realizado pela Doutora Ângela Machado, em conjunto com o Mestre em Engenharia de Materiais João Pedro Oliveira e com Professor Doutor Francisco M. Braz Fernandes.

Resultados e Discussão

As limas endodônticas foram analisadas térmica e mecanicamente como referido no capítulo anterior. Estas diferem na sua geometria (secção transversal). Uma implicação direta da influência da geometria prende-se com os pontos onde as tensões se irão acumular, que serão distintos e logo o comportamento das limas é diferente.

3.1 Análise Térmica por DSC

Nas Figuras 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5 e 3.6 pode ver-se o efeito dos tratamentos térmicos nas temperaturas de transformação das diferentes limas.

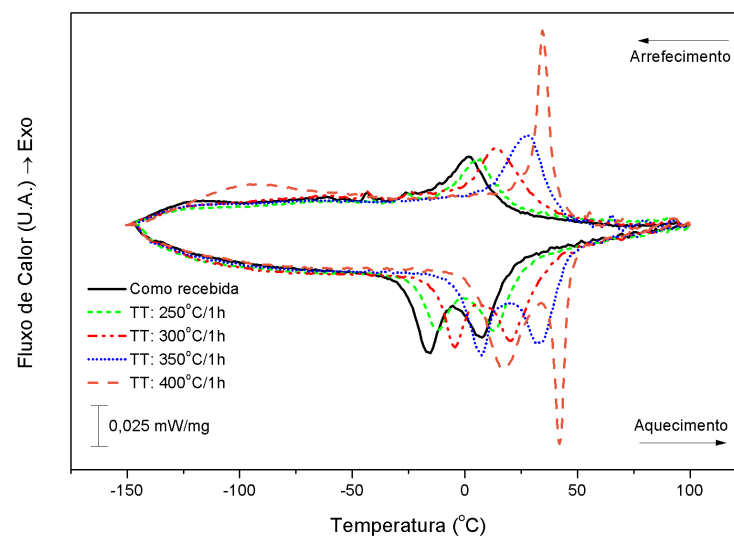


Figura 3.1: Curvas de análise por DSC, para a lima MTwo para cada um dos tratamentos térmicos

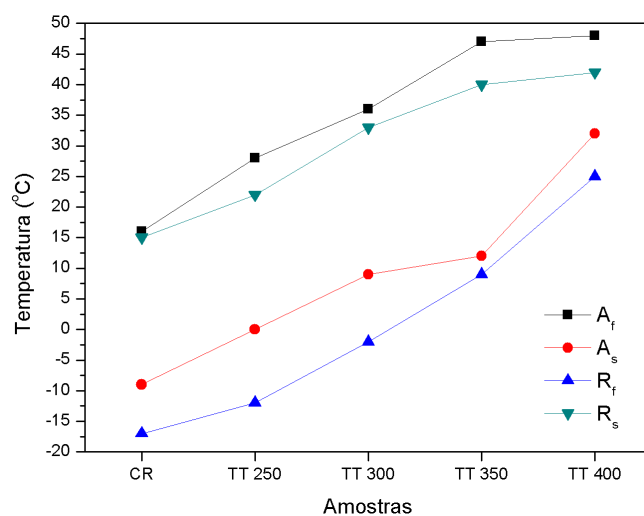


Figura 3.2: Evolução do valor das temperaturas de transformação de fase para cada tratamento térmico para a lima MTwo

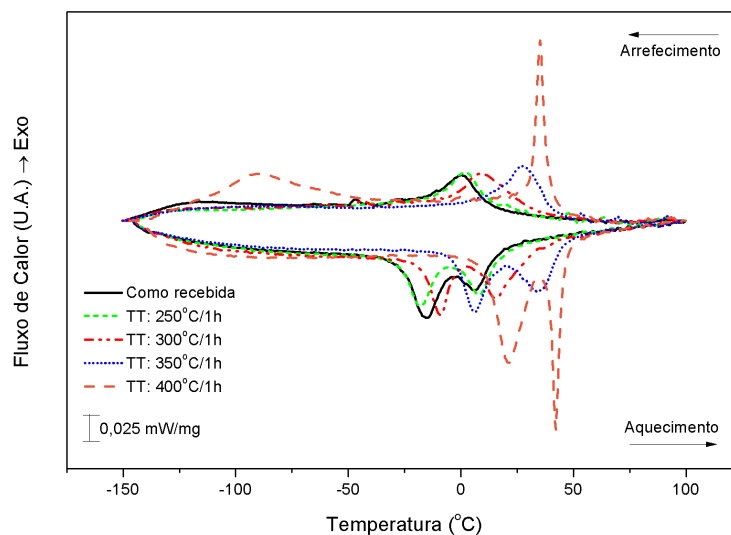


Figura 3.3: Curvas de análise por DSC, para a lima K3 para cada um dos tratamentos térmicos

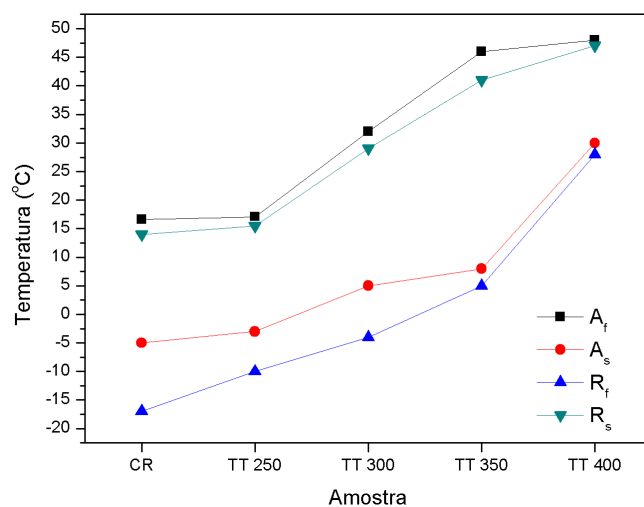


Figura 3.4: Evolução do valor das temperaturas de transformação de fase para cada tratamento térmico para a lima K3

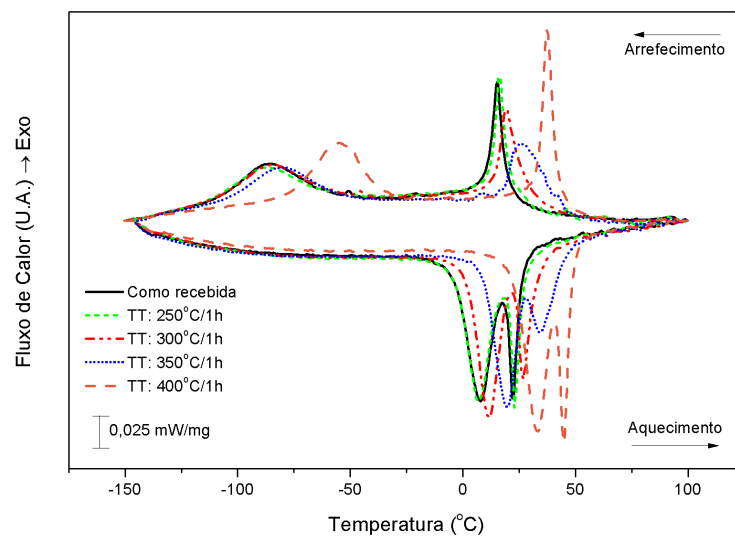


Figura 3.5: Curvas de análise por DSC, para a lima K3XF para cada um dos tratamentos térmicos

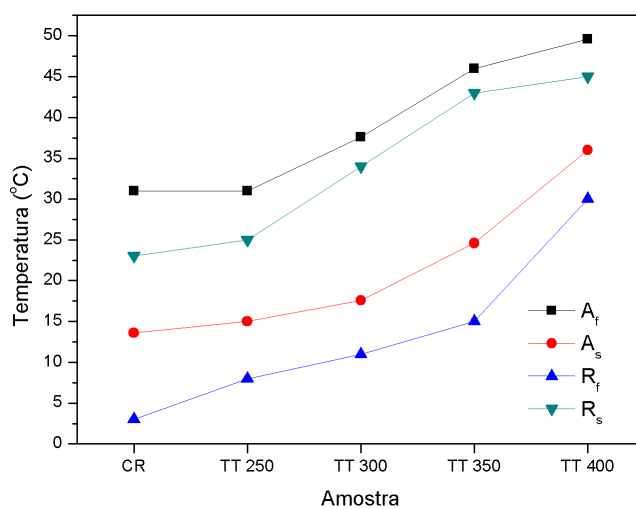


Figura 3.6: Evolução do valor das temperaturas de transformação de fase para cada tratamento térmico para a lima K3XF

Tendo em conta as Figuras 3.1, 3.3 e 3.5 pode notar-se que na curva de aquecimento existem dois picos endotérmicos, o que mostra a presença de duas transformações de fase. Para temperaturas mais baixas tem-se o início da transformação de fase martensítica em fase-R seguida da transformação de fase-R em fase austenítica (para maiores temperaturas). Nas curvas de arrefecimento para o caso das limas MTwo e K3 tem-se apenas um pico exotérmico notório que se pode concluir que pertence à transformação de fase da fase-R ($B2 \rightarrow$ fase-R), por diversas razões: devido à sua baixa histerese térmica em relação às temperaturas do pico associado à transformação da fase-R na curva de aquecimento; as temperaturas associadas à transformação em martensite são usualmente mais baixas; nas análises térmicas interrompidas (até $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ no caso da MTwo e $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ nos casos das restantes limas) os únicos picos presentes apresentam valores associados à energia de transformação muito semelhantes, podemos então concluir que são referentes à mesma transformação de fase (no aquecimento fase-R em B2 e no arrefecimento B2 em fase-R). As temperaturas para a análise térmica da análise interrompida foram escolhidas tendo presente que não era pretendida a formação de martensite durante o arrefecimento.

Nas Figuras 3.2, 3.4 e 3.6, pode ver-se a evolução das temperaturas de transformação de fase (R_s , R_f , A_s e A_f) e nas Figuras 3.7, 3.9 e 3.11 os valores de energia associado a cada uma dessas transformações (as áreas associadas aos picos). Nas Figuras 3.8, 3.12 e 3.10 tem-se os resultados das curvas *DSC* para as análises térmicas interrompidas. O cálculo das áreas foi realizado com recurso a esses resultados, utilizando o *software* do equipamento de *DSC*, na Figura 3.13 tem-se um exemplo. Os valores das áreas são muito próximos e em todos os casos o valor da energia na transformação fase-R em B2 é maior do que na transformação inversa. Isto acontece pois, mesmo com arrefecimento interrompido, pode haver formação de martensite, mesmo que seja em muito pouca quantidade.

A transformação de fase-R em martensite na curva de arrefecimento na maioria dos casos não é notória, apresentando apenas uma pequena oscilação na curva que pode representar o início da transformação, sendo que o seu fim é para temperaturas menores a $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$. No entanto, para o caso dos tratamentos térmicos de $400\text{ }^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$ e para a lima K3XF CR e com os TT tal não acontece, podendo distinguir-se dois diferentes picos na curva de arrefecimento mostrando a presença da transformação de fase-R para B19' (para menores temperaturas que a transformação B2 em fase-R).

Tendo em conta as limas como recebidas, a cerca de $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ todas têm a fase B2 estável. As temperaturas de A_f aumentam com o aumento da temperatura do tratamento térmico recebido, sendo notório o deslocamento dos picos para temperaturas maiores, o que também é relatado na literatura [15, 26, 29]. Analisando as temperaturas de tratamento térmico e a sua influência, conclui-se que apenas os tratamentos térmicos para temperaturas menores que $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ no caso das limas MTwo e K3 e $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ no caso da K3XF, se mostram favoráveis tendo em conta as temperaturas de A_f . Para casos opostos durante o tratamento

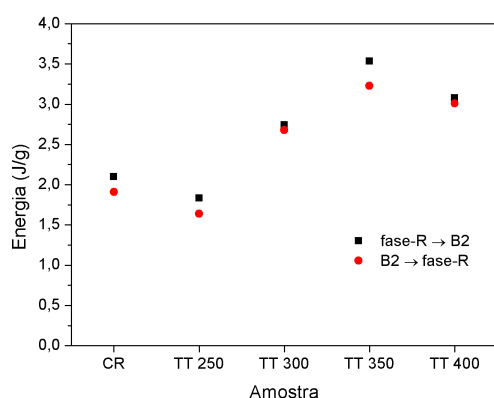


Figura 3.7: Comparação dos valores das energias associadas a cada uma das transformações de fase para a lima MTwo

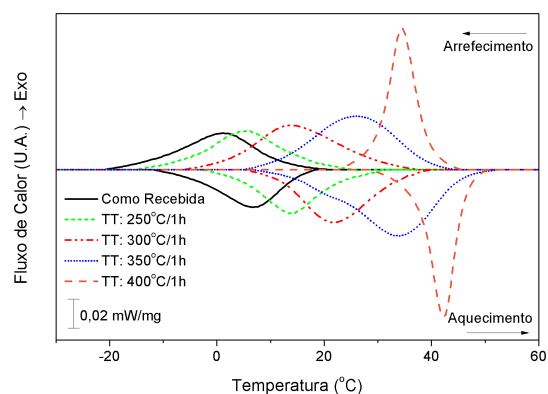


Figura 3.8: Curvas de análise por DSC, para a lima MTwo para cada um dos tratamentos térmicos, com arrefecimento interrompido

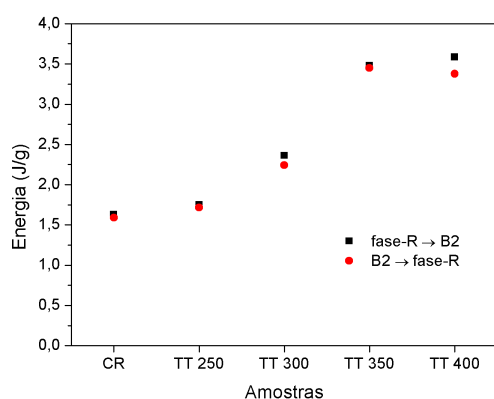


Figura 3.9: Comparação dos valores das energias associadas a cada uma das transformações de fase para a lima K3

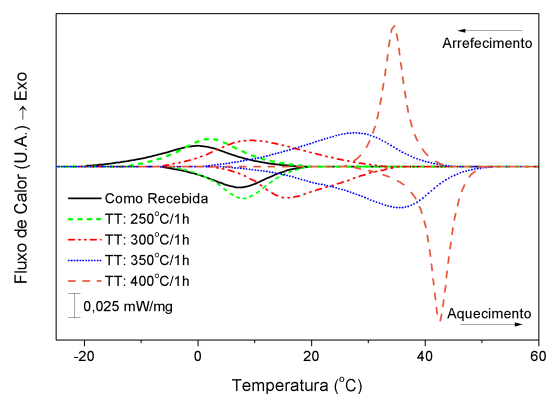


Figura 3.10: Curvas de análise por DSC, para a lima K3 para cada um dos tratamentos térmicos, com arrefecimento interrompido

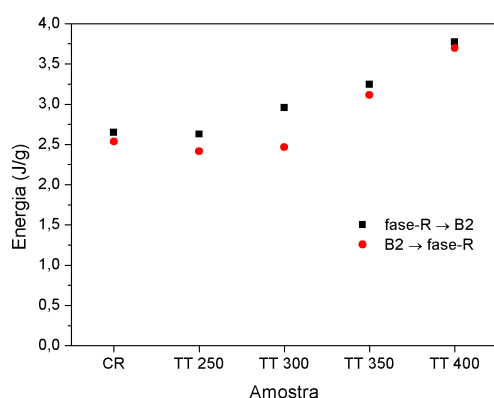


Figura 3.11: Comparação dos valores das energias associadas a cada uma das transformações de fase para a lima K3XF

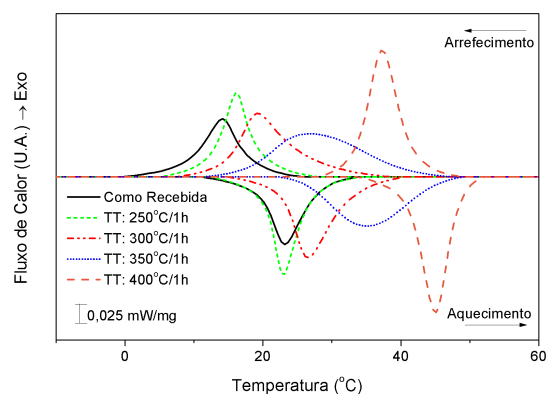


Figura 3.12: Curvas de análise por DSC, para a lima K3XF para cada um dos tratamentos térmicos, com arrefecimento interrompido

ao paciente ter-se-ia uma mistura de austenite e fase-R, o que pode não ser favorável pois não apresentando a fase austenítica estável não se obtém o máximo proveito possível do

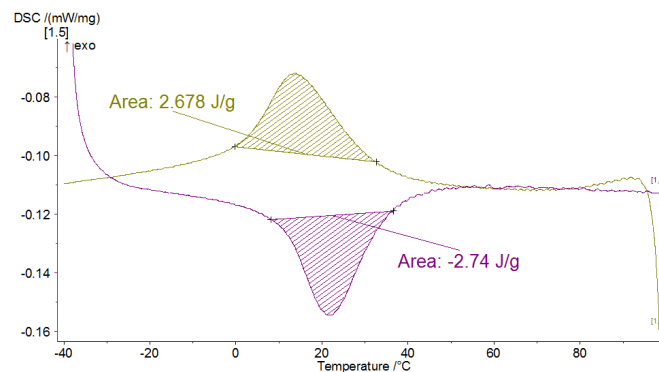


Figura 3.13: Cálculo da energia associada a cada uma das transformações de fase, para a lima MTwo com o TT de 300 °C/1 h.

efeito superelástico. Das três limas, a K3XF é a que apresenta maiores valores de A_f para todos os casos analisados, tendo ainda a particularidade de apresentar resultados muito semelhantes nas análises térmicas à lima CR e à lima com o TT de 250 °C. Estes resultados podem sugerir que a lima já sofreu este tratamento anteriormente: não só não houve grande alteração da curva como à partida já apresenta temperaturas de transformação de fase mais elevadas que as restantes limas.

Tendo ainda em conta as curvas de análise por *DSC*, pode observar-se um fenómeno interessante relacionado com os picos associados às transformações de fase. A largura dos picos assim como a sua intensidade variam para os diferentes TT. Para todas as limas até ao TT de 350 °C existe um aumento da largura dos picos, o que sugere uma heterogeneidade de composição no grão. Esta heterogeneidade pode criar tensões internas ou residuais e consequentemente uma heterogeneidade na transformação ao longo dos grãos, o que leva a um espreadimento do pico, como se a transformação ocorresse por fases.

É relatado que os tratamentos térmicos podem melhorar o desempenho mecânico das limas. Como tal as limas por inteiro sofreram os tratamentos térmicos no forno para serem seguidamente submetidas a ensaios mecânicos. O controlo das temperaturas de tratamento térmico é muito importante e, para comprovar o controlo da temperatura no forno foram utilizados resultados de ensaios já realizados de tratamentos térmicos a 250, 300 e 350 °C durante 1 hora, no equipamento de *DSC* para comparação entre os resultados entre as análises térmicas das amostras obtidas com o tratamento térmico realizado no forno e no equipamento de *DSC*, onde há um controlo maior de temperatura. Os resultados foram os esperados uma vez que as curvas associadas ao mesmo tratamento térmico foram coincidentes ou muito semelhantes. Nas Figuras 3.14, 3.15 e 3.16 pode ver-se exemplos.

Para o caso dos tratamentos térmicos de 250 e 300 °C, este resultado também demonstra que os fenómenos de precipitação são muito lentos, pois mesmo com velocidades de aquecimento e arrefecimento diferentes, sendo que a velocidade de aquecimento no forno

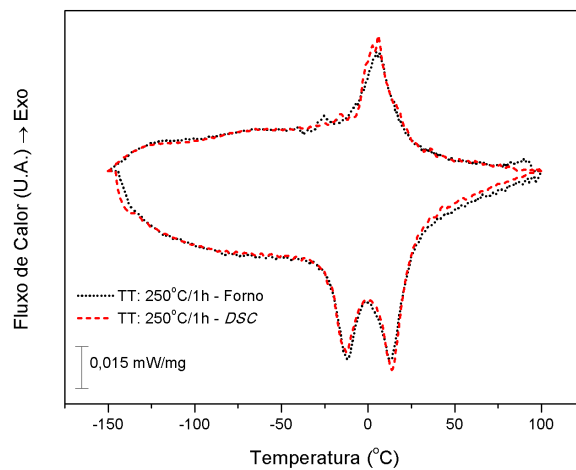


Figura 3.14: Curva de DSC da lima MTwo para comparação entre o TT realizado no forno e no DSC para o TT de 250 °C

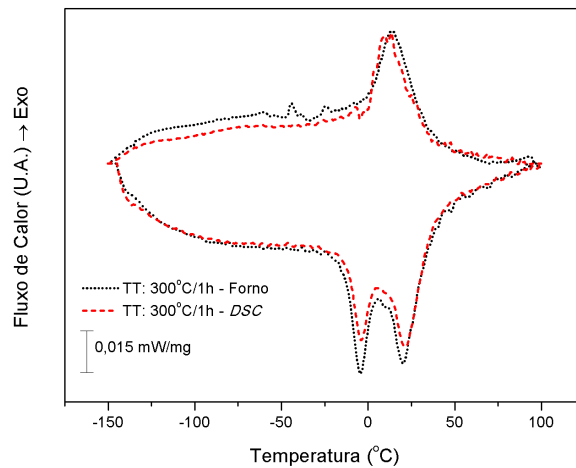


Figura 3.15: Curva de DSC da lima MTwo para comparação entre o TT realizado no forno e no DSC para o TT de 300 °C

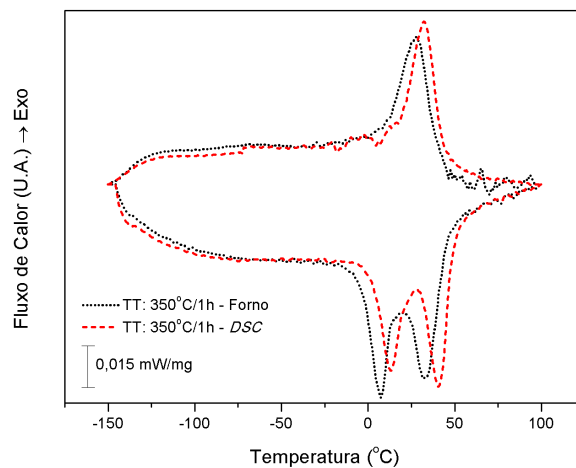


Figura 3.16: Curvas de DSC da lima MTwo para comparação entre o TT realizado no forno e no DSC para o TT de 350 °C

é maior e a de arrefecimento é menor do que no DSC que é sempre controlada a 10 °C/min, a precipitação ocorre maioritariamente no tempo de estadia e é semelhante nos dois casos. Por outro lado as temperaturas de tratamento térmico são baixas, o que também

leva a uma menor velocidade de precipitação e a uma menor influência das velocidades de aquecimento/arrefecimento. O mesmo não acontece no caso do tratamento térmico de 350 °C em que existe uma ligeira diferença entre os dois resultados, sendo que as transformações de fase se dão para temperaturas ligeiramente menores, ou seja, neste caso já existe influência das diferentes velocidades de aquecimento/arrefecimento e consequentemente a quantidade de precipitados. Devido também ao facto da temperatura ser mais elevada, também pode haver uma maior amplitude de variação de temperatura no forno.

As Figuras 3.17 e 3.18 mostram a variação de energia das amostras com a temperatura. Essa variação de energia pode estar relacionada com processos de recristalização, relaxação de tensões e precipitação.

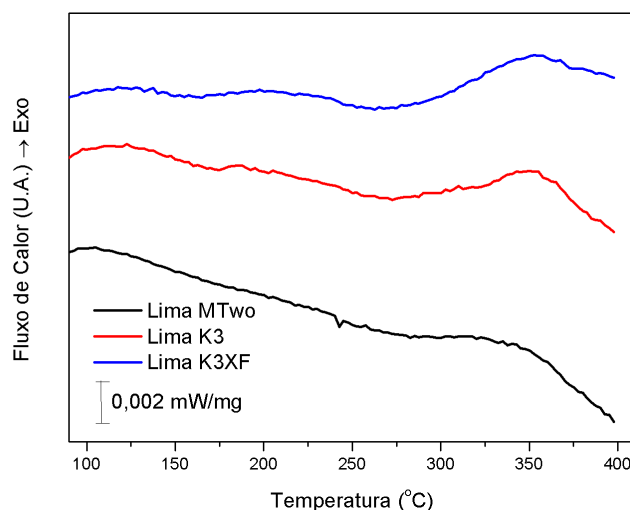


Figura 3.17: Curvas DSC obtidas para as diferentes limas (CR) durante a rampa de aquecimento até 400 °C

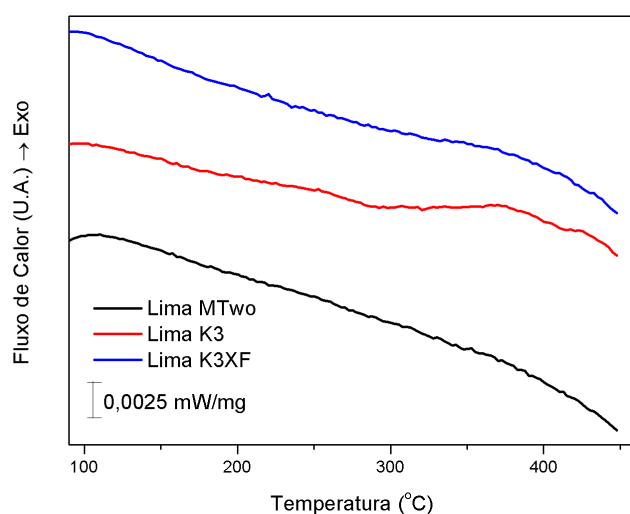


Figura 3.18: Curvas DSC obtidas para as diferentes limas (após TT a 400 °C) durante a rampa de aquecimento até 400 °C

Na Figura 3.17 aqueceram-se as limas até 400 °C (a 10 °C/ min) e pode ver-se um pico

exotérmico a mais baixas temperaturas e outro nos 350 °C. Todas as limas apresentam comportamento semelhante. A temperaturas mais baixas é esperado que ocorra relaxação de tensões e fenómenos de recuperação associados a deformações a frio ou tratamentos de superfície. A perturbação que ocorre aos 350 °C é associada a fenómenos de precipitação de compostos ricos em Níquel, em particular Ni_4Ti_3 , ou fenómenos de recristalização. Analisando a Figura 3.18 pode-se comprovar esta última análise, visto que uma vez que as amostras já foram aquecidas até 400 °C já não apresentam este segundo pico.

3.2 Análise Mecânica

A Tabela 3.1 mostra o número de amostras testadas para cada situação de ensaio mecânico. Os resultados detalhados encontram-se no apêndice B.

Tabela 3.1: Número de ensaios realizados para cada uma das limas

Lima	MTwo					K3					K3XF				
TT	CR	250	300	350	400	CR	250	300	350	400	CR	250	300	350	400
Torção	4	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Rotação/Flexão	2	2	2	1	1	2	2	2	1	1	2	2	2	1	1

3.2.1 Ensaios de Ciclagem em Torção

Para analisar estes resultados deve ter-se presente a fase cristalográfica estável na lima à temperatura do ensaio, temperatura ambiente. A lima MTwo assim como a K3 começa a apresentar fase-R a partir do TT de 300 °C/1h, aumentando a quantidade da mesma com o aumento da temperatura do tratamento. A lima K3XF apresenta fase-R logo na lima CR, a 350 °C já não há presença de austenite e a 400 °C já existe martensite.

Nas Figuras 3.19, 3.21 e 3.23 pode ver-se a amplitude angular que não foi recuperada para cada um dos dois ensaios realizados e para cada um dos TT realizados às limas. Nas Figuras 3.20, 3.22 e 3.24 pode ver-se para cada um dos dois ensaios realizados, o ângulo de torção até à fratura em função do tratamento térmico sofrido pelas limas.

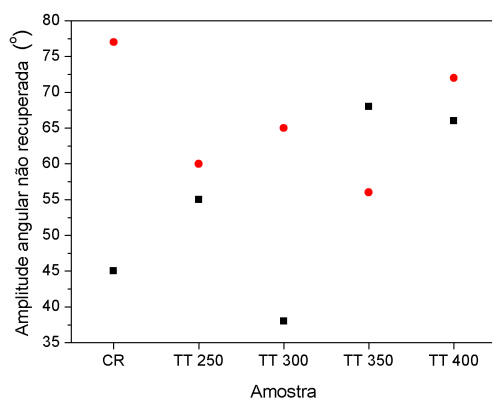


Figura 3.19: Amplitude angular não recuperada pela lima MTwo com os diferentes TT

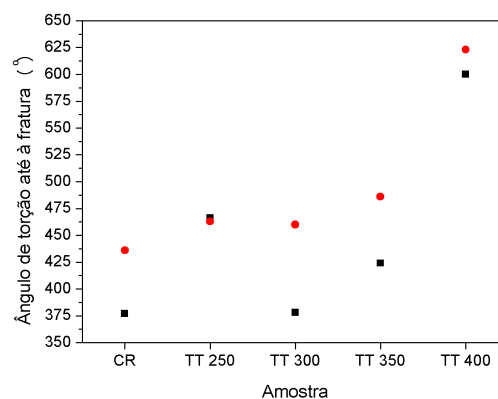


Figura 3.20: Valores do ângulo máximo até à fratura por torção para as limas MTwo com os diferentes TT

Para a lima MTwo tem-se um maior ângulo de torção até à fratura e uma amplitude angular não recuperável menor para o TT de 250 °C/1 h a comparar com a lima CR. No entanto no tratamento de 300 °C/1 h há uma descida no valor máximo do ângulo, que vai aumentando com o aumento da temperatura de tratamento térmico, que pode dever-se à presença de fase-R. É interessante notar que com o aumento da quantidade de fase-R,

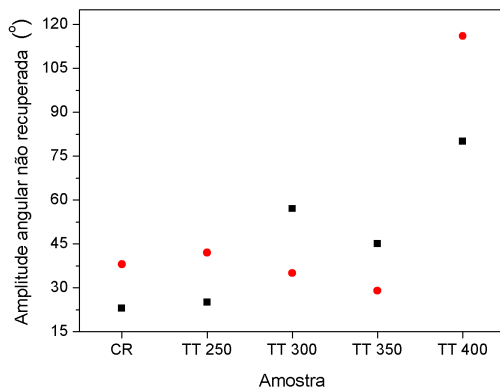


Figura 3.21: Amplitude angular não recuperada pela lima K3 com os diferentes TT

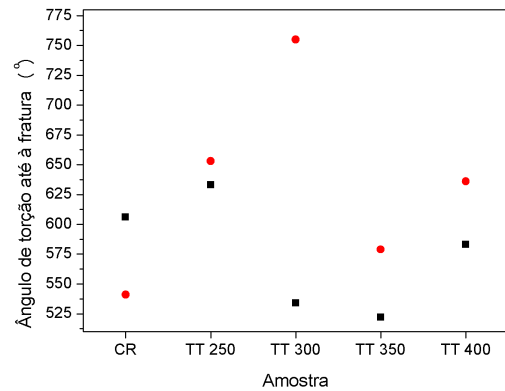


Figura 3.22: Valores do ângulo máximo até à fratura por torção para as limas K3 com os diferentes TT

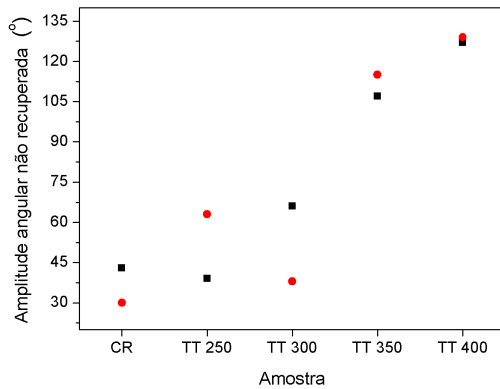


Figura 3.23: Amplitude angular não recuperada pela lima K3XF com os diferentes TT

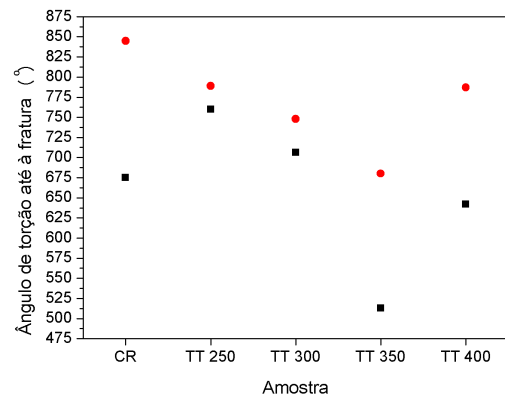


Figura 3.24: Valores do ângulo máximo até à fratura por torção para as limas K3XF com os diferentes TT

aumenta o valor do ângulo máximo, no entanto também aumenta a amplitude angular não recuperável. A lima K3 apresenta o mesmo tipo de resultado, devido à similaridade nas propriedades térmicas, isto é, a quantidade de fase-R presente com os TT ser semelhante. Quanto maior a temperatura de tratamento térmico maior a amplitude angular não recuperada, devido à diminuição de quantidade de austenite, que leva a um aumento da martensite residual presente assim como de deformação plástica de martensite. À temperatura de ensaio, a lima K3XF apresenta sempre maiores valores de ângulo de torção até à fratura, assim como de amplitude angular não recuperável. Isto deve-se ao facto das temperaturas de transformações de fase serem mais altas que as restantes limas. Com o tratamento a 350 e 400 °C/1 h é onde é mais notória quantidade de amplitude angular não recuperada, o que faz sentido sabendo que a lima apresenta martensite na sua estrutura cristalina. Para os valores do momento de torção (torque) máximo de cada lima o raciocínio é semelhante. Para a lima CR e com TT de baixa temperatura tem-se um torque estável, sendo que este oscila com a presença da fase-R e para TT de 400 °C/1 h é notoriamente de maior valor em todas as limas. Deve ter-se em conta que mesmo as limas apresentando-se austeníticas ou com uma grande quantidade de austenite, existe sempre

alguma deformação não recuperável associada à martensite residual que é induzida pelo esforço de torção. Para além disso pode-se ainda ter alcançado deformação suficiente para a ocorrência de deformação plástica da martensite.

Analisando as limas em conjunto, temos a Figura 3.25 onde se vê claramente uma tendência crescente para o valor do ângulo de torção até à fratura, sendo que a lima MTwo é a que quebra para ângulos menores e a K3XF para maiores ângulos.

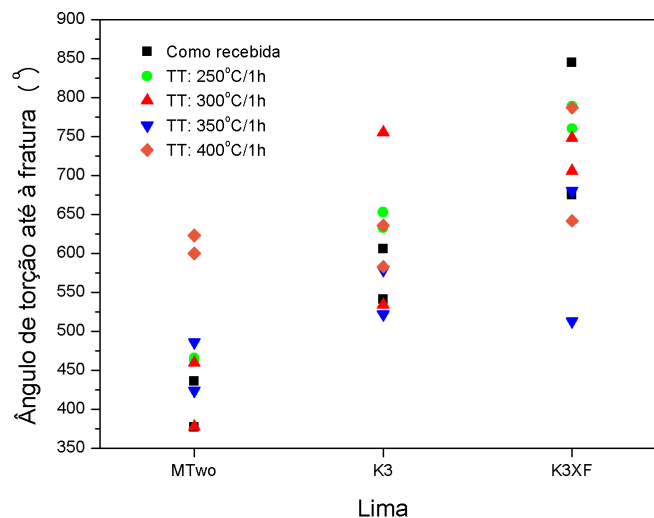


Figura 3.25: Valores do ângulo de torção até à fratura para cada uma das limas analisadas

Na Figura 3.26 que referencia os valores do torque máximo, pode ver-se que a MTwo é a lima que apresenta menores valor de torque, isto é, apresenta uma maior capacidade de deformação para forças mais pequenas. Comparando a lima K3 com a K3XF pode ver-se que a segunda apresenta um valor máximo do torque menor, o que vai de encontro às especificações do fornecedor que afirma que a K3XF tem uma maior capacidade de deformação ("maior flexibilidade"). Para TT de maior temperatura têm-se torques maiores, o que pode parecer estranho devido à maior quantidade de fase-R ou até martensite presente, no entanto pode ver-se que nesses casos o ângulo de torção até à fratura aumenta o que justifica o aumento do valor do momento de torção.

Na Figura 3.27 pode-se analisar os diferentes resultados da amplitude angular não recuperada em ° das diferentes limas. A lima MTwo é a menos afetada com os tratamento térmicos para além de que estes. A lima K3 é a que mais deformação recupera entre as 3 limas, mostra ainda uma grande alteração na amplitude angular não recuperada essencialmente para o TT de 400 °C. A lima K3XF é a que apresenta os maiores valores de amplitude angular não recuperada, sendo que o aumento da temperatura dos TT aumenta o valor de amplitude angular não recuperada.

Tendo presente a utilização da lima, não nos podemos esquecer que é necessário garantir

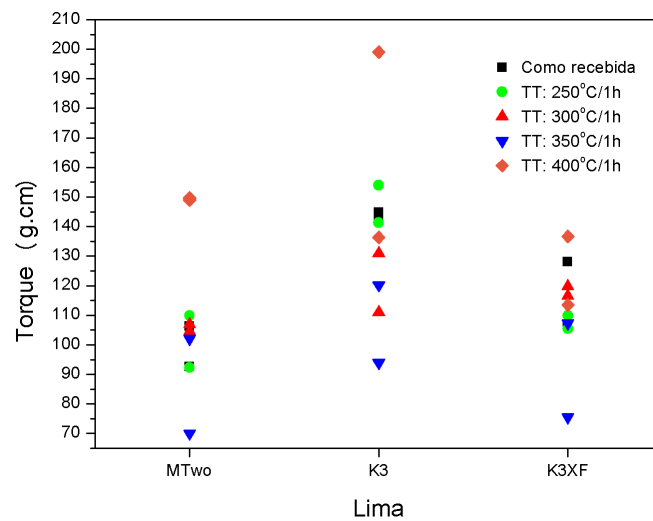


Figura 3.26: Valores do torque máximo à fratura para cada uma das limas analisadas

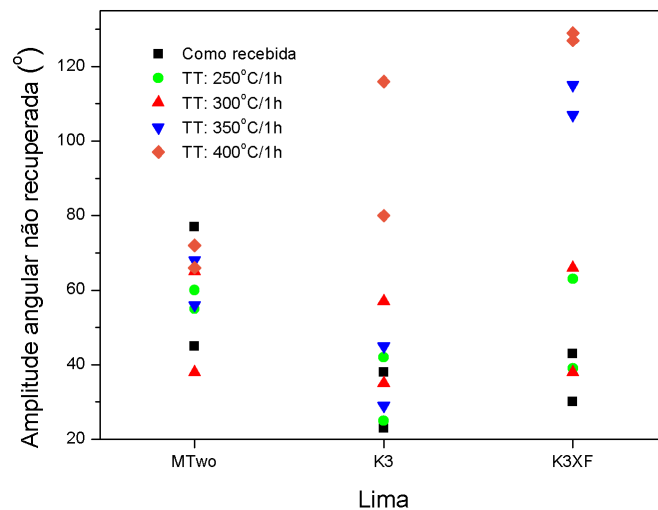


Figura 3.27: Valores da amplitude angular não recuperada para cada uma das limas analisadas

que a mesma está austenítica à temperatura bocal, se isso não acontecer a lima perde a sua propriedade superelástica. O ideal será um compromisso entre todas as propriedades.

Depois de todos os ensaios realizados, foram ainda realizados 2 ensaios de torção numa lima MTwo CR para testar a influência do sentido do teste de torção. É descrito na literatura que o sentido do ensaio de torção influencia o ângulo de torção até à fratura, apresentando maiores valores de ângulos no sentido horário. Como tal foi escolhido esse sentido nos testes realizados. Para comprovar este facto foi realizada esta análise apenas à lima MTwo CR, face à falta de material. Como se pode ver na Figura 3.28 os valores dos ângulos suportados pela lima até à fratura são menores comparados com a mesma lima, nas mesmas condições, no sentido oposto.

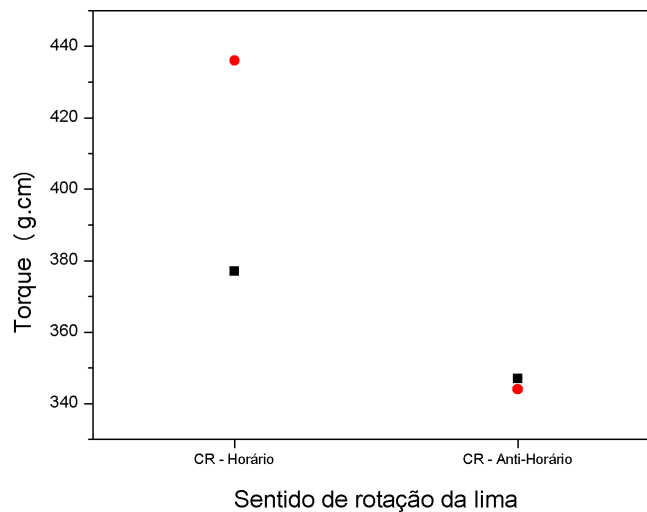


Figura 3.28: Valores do torque máximo na fratura para cada uma das limas analisadas

3.2.2 Ensaios de Rotação/Flexão

Os resultados dos ensaios de flexão acompanhada com rotação (rotação/flexão) podem ser visualizados na Figura 3.29. Para a representação deste gráfico foi utilizada a média dos valores obtidos para a lima CR e com TT de 250 e 300 °C.

A lima MTwo não apresenta nenhuma melhoria no comportamento mecânico após os diferentes tratamentos térmicos, estando os valores relativamente próximos, embora se registre uma ligeira diminuição do NCF para as limas sujeitas a TT. A lima K3 é a lima em que o efeito dos TT é mais notório. Existem grandes diferenças nos valores do NCF entre TT diferentes, sendo de notar que é com TT perto dos 300 e 350 °C que a lima K3 apresenta as melhores propriedades mecânicas e que essas melhoraram para qualquer dos TT efetuados. À semelhança da lima MTwo, a lima K3XF também não apresenta grande variação no NCF com os TT. Um fenómeno comum às três limas, prende-se com uma melhoria de propriedades para o TT de 350 °C.

Quando comparando as limas, pode ver-se que entre as três a K3 é a que apresenta um maior número de rotações até à fratura, seguida da K3XF e da MTwo.

Analisando as Figuras 3.30, 3.31 e 3.32, é possível identificar a fase ou as fases cristalográficas presentes à temperatura do ensaio. As limas CR estão completamente austeníticas, assim como com o TT de 250 °C. Para a lima K3 ao fim do TT de 300 °C a lima também está superelástica, o que não acontece com as restantes limas que começam a apresentar fase-R. A partir do TT de 350 °C todas as limas já apresentam uma maior quantidade de fase-R, sendo que a 400 °C a estrutura está maioritariamente fase-R.

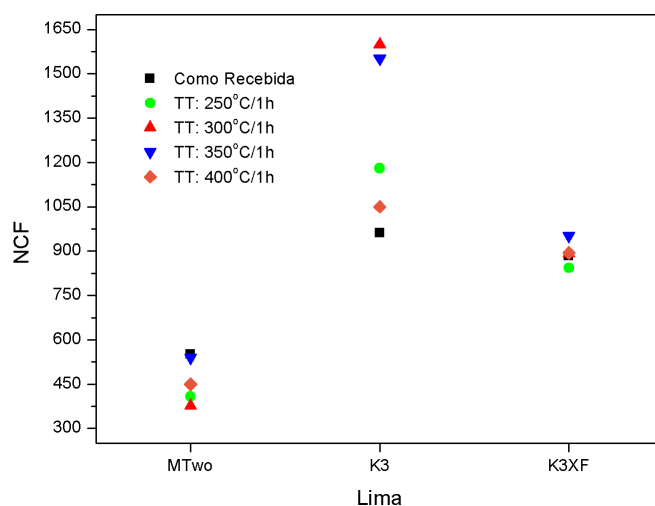


Figura 3.29: Resultados dos ensaios de rotação/flexão: valores do NCF para cada uma das limas e respectivos TT

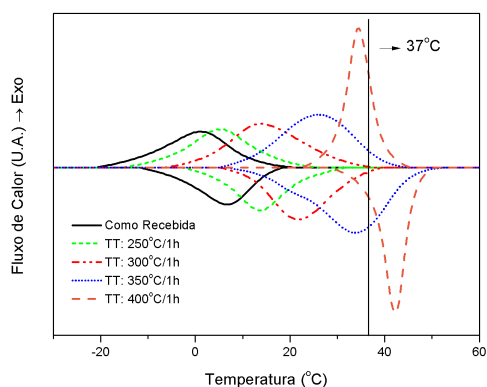


Figura 3.30: Curvas DSC da lima MTwo com a marcação da temperatura a que foi realizado o ensaio de rotação/flexão

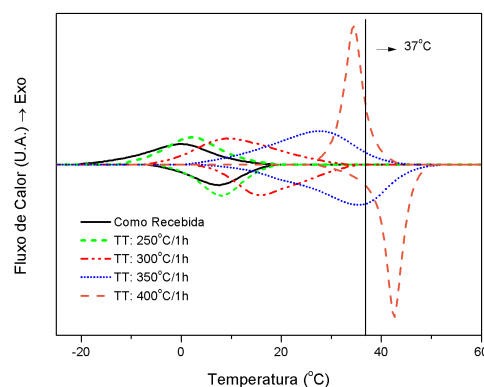


Figura 3.31: Curvas DSC da lima K3 com a marcação da temperatura a que foi realizado o ensaio de rotação/flexão

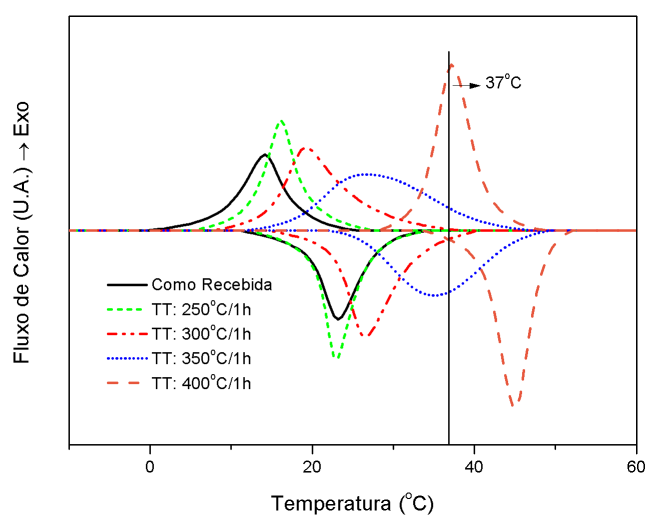


Figura 3.32: Curvas DSC da lima K3XF com a marcação da temperatura a que foi realizado o ensaio de rotação/flexão

3.2.3 Resultados das Propriedades Mecânicas na Literatura

Na Tabela 3.2 estão descritos os resultados que existem na literatura revista para as propriedades mecânicas das mesmas limas que foram analisadas.

Tabela 3.2: Resultados de ensaios mecânicos na literatura

Artigo	Limas	Obs.	Resultados		
			Torção		Ciclagem
			Torque	Ângulo (°)	NCF
Effect of R-phase Heat Treatment on Torsional Resistance and Cyclic Fatigue Fracture -Ha et al. 2013 [21]	K3 #30(.04)	CR	2,26±0,15 (N.cm)	1125,5±109,1	937,5±127,8
	K3XF #30(.04)	CR	2,26±0,17 (N.cm)	1222,6±148,9	1343,5±286,8
Influence of cyclic torsional loading on the fatigue resistance of K3 instruments - Bahia et al. 2008 [40]	K3 #30(.04)	CR c/ciclagem 20x180 °	1,2 ±0,2 (N.cm)	1000±200	600±100
	K3 #30(.04)	CR até fratura	1,4±0,15 (N.cm)	800 ±120	700±100
Dimensional characterization and mechanical behaviour of K3 rotary instruments - Melo et al. 2008 [41]	K3 #30(.04)	CR	1,365±0,124 (N.cm)	826±105	696±67
Torsional Properties of New and Used Rotary K3 NiTi files Yared et al. 2003 [42]	K3 #30(.04)	CR (outro fornecedor)	94,78±13,69 (g.cm)	1303,84±160,1	-
A comparison of cyclic fatigue between used and new MTwo Ni-Ti rotary instruments - Plotino et al. 2006 [43]	MTwo #30(.05)	CR	-	-	394,8±15,4
Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems - Grande et al.2006 [44]	MTwo #30(.05)	CR r=5 mm a=60 °	-	-	395±15
Phase Transformation Behavior and Mechanical Properties of Thermomechanically Treated K3XF Nickel-Titanium - Shen et al. 2013 [34]	K3XF #25(.04)		7,88±1,62 (N.mm)	747,42±74,69	
	K3XF #40(.04)		23,051±2,49 (N.mm)	710,14±110,87	

A primeira observação que se pode fazer quando analisados os resultados da literatura prende-se com a disparidade de resultados, que se podem ver através dos desvios associados às medidas. Como também já foi referido anteriormente, existe uma certa aleatoriedade nos resultados devido ao processamento que as limas sofrem, embora se encontre um padrão, as limas podem fraturar por inúmeras razões: defeitos: quer estruturais quer superficiais; o facto dos testes em laboratório terem variantes e condições diferentes das que existem quando as limas são utilizadas na realidade num canal de um dente. Algo que também se pode observar é a falta de literatura para a comparação de resultados sobre a influência de tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas das limas, e das limas em estudo em particular.

Comparando os resultados obtidos pode-se concluir o seguinte: para os ensaios de torção os valores dos momentos à torção são semelhantes, ou seja, na mesma ordem de grandeza; os ângulos de torção até à fratura, tanto da lima K3 como da K3XF foram menores que o esperado, no entanto esta diminuição no valor do ângulo pode dever-se ao esforço de ciclagem que foi sofrido inicialmente; no conjunto, a lima K3XF fratura para ângulos maiores, o que seria de esperar. Tendo em conta os ensaios de flexão acompanhada de rotação, a lima MTwo fraturou para um maior NCF (que se pode dever ao raio de curvatura e ângulo de curvatura); a lima K3 obteve o NCF esperado o que não aconteceu com a K3XF em que se obtiveram valores muito menores. De notar que para este ensaio a lima K3 obteve um melhor desempenho que a K3XF, o mesmo se verificou mesmo para as limas com TT.

3.3 Análise Estrutural

Analisando as Figuras 3.33, 3.34 e 3.35 pode ver-se que em comparação com as limas CR as limas com TT mostram uma maior presença de fase-R e de martensite. Os picos de fase-R mostram-se mais intensos com o aumento da temperatura de tratamento térmico, sendo mais notória esta variação para a lima K3XF. Tendo em conta que o ensaio foi realizado à temperatura ambiente, estes resultados são esperados visto os ensaios por DSC mostrarem o deslocamento dos picos associados às transformações de fase para temperaturas mais elevadas, estando a lima maioritariamente com fase-R.

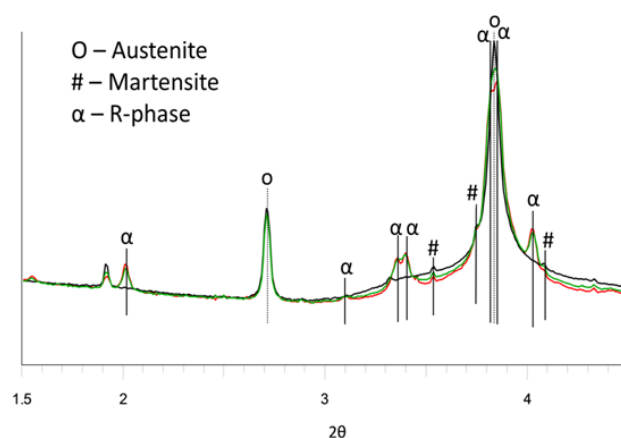


Figura 3.33: Análise DRX da lima MTwo CR (preto), com TT 350 °C/1 h (verde) e 400 °C/1 h (vermelho)

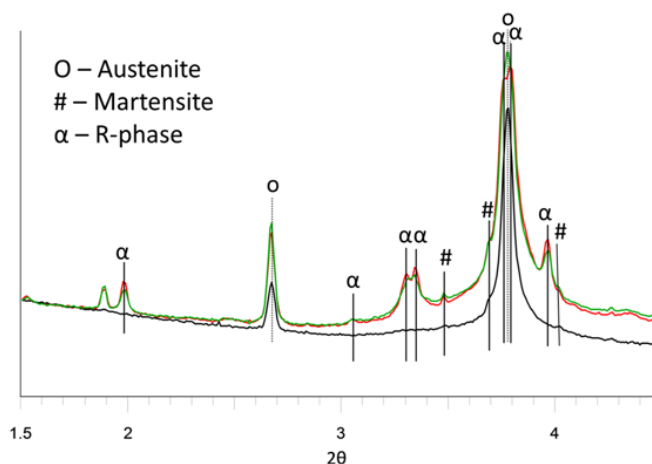


Figura 3.34: Análise DRX da lima K3 CR (preto), com TT 350 °C/1 h (verde) e 400 °C/1 h (vermelho)

Nas Figuras 3.36, 3.37, 3.38, 3.39, 3.40 e 3.41 pode ver-se gráficos 3D que consistem na sobreposição de análises DRX realizadas ao longo da lima de 0,25 mm em 0,25 mm, sendo a ponta da lima a parte frontal do gráfico e a zona do cabo a parte traseira.

Para todos os casos, os dois picos mais intensos estão associados à presença de austenite.

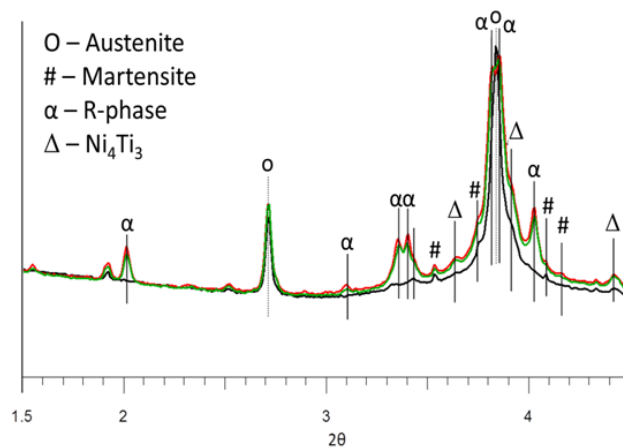


Figura 3.35: Análise DRX da lima K3XF CR (preto), com TT 350 °C/1 h (verde) e 400 °C/1 h (vermelho)

Comparando as análises das limas CR e fletidas, as últimas apresentam uma maior intensidade de picos associados à martensite induzida por tensão. Os picos mostram-se mais intensos nas zonas de maior tensão da lima. A intensidade dos picos associados à martensite residual são maiores no caso da lima MTwo e isso pode dever-se à geometria em "S" que apresenta menor distribuição de forças ao longo da lima. Pode ainda notar-se que a lima K3XF é a única que apresenta precipitados, o que novamente pode sugerir que esta foi submetida a algum tipo de TT no seu processamento.

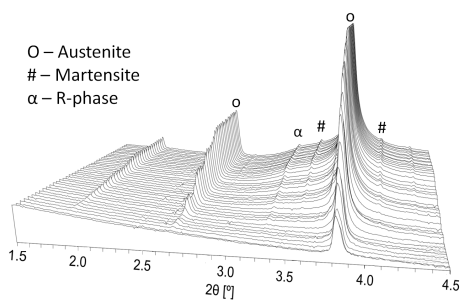


Figura 3.36: Análise DRX ao longo da lima MTwo sem esforço aplicado

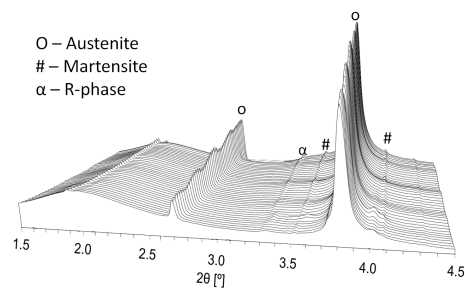


Figura 3.37: Análise DRX ao longo da lima MTwo sob esforço de flexão

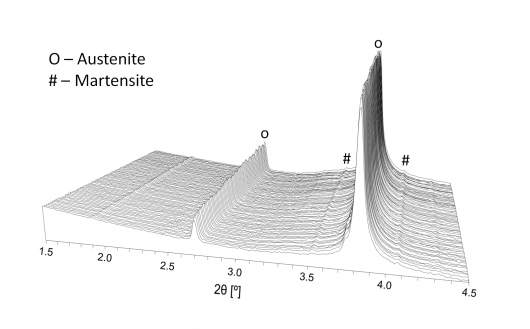


Figura 3.38: Análise DRX ao longo da lima K3 sem esforço aplicado

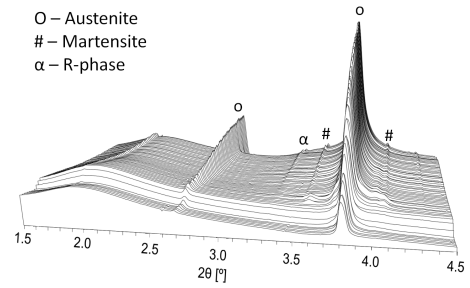


Figura 3.39: Análise DRX ao longo da lima K3 sob esforço de flexão

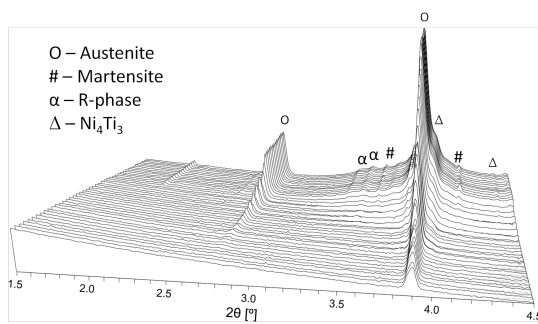


Figura 3.40: Análise DRX ao longo da lima K3XF sem esforço aplicado

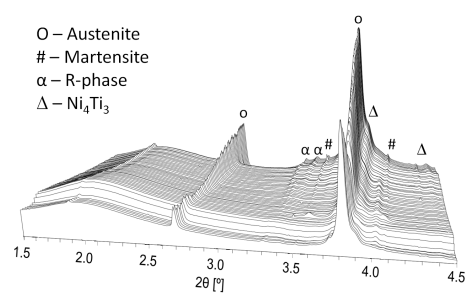


Figura 3.41: Análise DRX ao longo da lima K3XF sob esforço de flexão

Conclusões e perspectivas futuras

4

Analisando as propriedades térmicas das limas, a primeira conclusão que se pode retirar é que para menores valores de temperaturas de tratamento térmico do que vem descrito na literatura, isto é, a baixo de 350 °C, já se obtêm resultados interessantes, sendo que a lima continua superelástica à temperatura bocal. Assim como é descrito na literatura, com o aumento da temperatura do tratamento térmico obteve-se também o aumento das temperaturas de transformação de fase. Para além disto, quando se analisa a variação das temperaturas de transformação de fase, pode reparar-se que estas tendem a estabilizar a partir dos 350 °C, o que seria uma área interessante para estudar posteriormente, assim como perceber de que forma esta estabilização influencia os resultados mecânicos. De notar que esta conclusão não está em concordância com o enunciado por alguns artigos que sugerem a realização de TT a temperaturas muito superiores. Neste trabalho provou-se que para temperaturas de TT superiores a 350 °C a lima deixa de se apresentar completamente superelástica à temperatura bocal, podendo sofrer deformação não recuperável, o que não é vantajoso tendo em conta o seu objetivo de trabalho.

Tendo em conta os resultados dos ensaios de torção a K3XF é a lima que quebra para valores de ângulos até à fratura maiores, seja para a lima CR como com os TT. No entanto é necessário não esquecer que a primeira premissa para o bom funcionamento destas limas é que ela esteja superelástica à temperatura oral, o que não acontece para a lima K3XF com TT a cima dos 300 °C. Essa é também a principal razão pela qual a lima K3XF não melhora significativamente os valores do ângulo máximo até à fratura com os TT. Em contrapartida a lima MTwo é a que apresenta os menores valores de ângulos de torção até à fratura, sendo também esta a que apresenta valores do momento à torção até à fratura mais reduzidos. Em todas as limas o TT que levou a maiores valores de momento de torção, de amplitude angular não recuperada e de ângulo de torção até à fratura foi o TT de 400 °C/1 h. O que pode ser explicado pela grande quantidade de fase-R presente em conjunto com o início da presença de martensite na estrutura, que leva a uma deformação não recuperável pois não apresenta comportamento superelástico, deformando plasticamente a martensite. A justificação para a presença do maior valor de torque está associado ao maior ângulo que lima suporta até partir. Estes resultados levam a uma conclusão que indica que o maior valor de ângulo de torção até à fratura não é condição essencial para afirmar que a lima apresenta o melhor desempenho, pois não está superelástica à temperatura bocal, perdendo as suas propriedades que tornam vantajosas a utilização de ligas NiTi em detrimento das em aço inoxidável. Desta forma, tem de se ter presente este compromisso. Na análise de rotação/flexão a lima K3 foi a lima que mostrou melhores

resultados. Estes melhoraram com o efeito dos TT. A temperatura de tratamento térmico mais vantajosa está entre os 300 e 350 °C.

Comparando as três limas analisadas mecanicamente, a lima MTwo é a que apresenta um menor desempenho em todos os ensaios mecânicos. Este resultado está relacionado com a geometria da lima, mais particularmente a geometria da sua secção reta, que por ser em "S" não distribui tão homogeneamente as forças ao longo da lima e existem determinados pontos onde existe grandes valores de tensão. Esta diferença leva a uma maior fadiga da lima que se reflete na falha da lima mais cedo em comparação com a K3/K3XF.

Os ensaios de torção realizados foram no sentido horário, no entanto o sentido anti-horário também pode ser uma realidade durante o tratamento e deve ser estudada a sua influência. Para além disso, durante este trabalho levantaram-se várias questões, e a fim de continuar este tipo de estudo relacionado com o efeito dos tratamentos térmicos em instrumentos endodônticos deveria procurar-se realizar uma análise estatística mais apurada. Tendo em conta a literatura, o ideal seria analisar entre 10 a 12 amostras de cada caso a ser estudado [21, 23, 33, 40, 43].

Tendo presente a literatura, há bastantes resultados em que se compararam limas, principalmente pelas suas propriedades mecânicas, mas não há muita informação sobre o efeito dos tratamentos térmicos nessas propriedades particularmente nestas limas mais recentes. Este assunto continua a ser importante e deve continuar a ser estudado.

Referências

- [1] M. B. Rowan, J. I. Nicholls e J. Steiner. "Torsional properties of stainless steel and nickel-titanium endodontic files." *Journal of Endodontics* 22.7 (1996), pp. 341–345. ISSN: 0099-2399. DOI: 10.1016/S0099-2399(96)80214-7.
- [2] G. S. P. Cheung, E. W. Zhang e Y. F. Zheng. "A numerical method for predicting the bending fatigue life of NiTi and stainless steel root canal instruments". *International Endodontic Journal* 44.4 (2011), pp. 357–361. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2010.01838.x.
- [3] Y. a. Shen, Y. Gao, J. Lin, J. Ma e Z. Wang. "Methods and models to study irrigation". *Endodontic Topics* 5 (2013), pp. 3–34. ISSN: 16011538. DOI: 10.1111/etp.12029.
- [4] D. C. Lagoudas. *Shape Memory Alloys: Modeling and Engineering Applications*. Springer, 2008, p. 456. ISBN: 0387476857. URL: <https://books.google.com/books?id=jY-qVrZkqBEC\&pgis=1>.
- [5] H. Walia, W. a. Brantley e H. Gerstein. "An initial investigation of the bending and torsional properties of nitinol root canal files". *Journal of Endodontics* 14.7 (1988), pp. 346–351. ISSN: 00992399. DOI: 10.1016/S0099-2399(88)80196-1.
- [6] S. B. Correia. "Estudo do Comportamento em Serviço de Limas Endodônticas Superelásticas de Ni-Ti". Tese de Doutorado em Dentisteria Conservadora. Faculdade de Medicina Dentária - Universidade de Lisboa, 2009.
- [7] F. M. Braz Fernandes, J. P. Oliveira, A. Machado e N. Schell. "XRD Study of NiTi Endodontic Files Using Synchrotron Radiation". *Journal of Materials Engineering and Performance* 23.7 (2014), pp. 2477–2481. ISSN: 1059-9495. DOI: 10.1007/s11665-014-1056-y.
- [8] A. Alfadley. "Influence of Cyclic Torsional loading on the Fatigue Resistance of K3XF Instruments". Master's Thesis on Craniofacial Science. The Faculty of Graduate e Postdoctoral Studies - The University of British Columbia, 2015.
- [9] S. Zinelis, T. Eliades e G. Eliades. "A metallurgical characterization of ten endodontic Ni-Ti instruments: Assessing the clinical relevance of shape memory and superelastic properties of Ni-Ti endodontic instruments". *International Endodontic Journal* 43.2 (2010), pp. 125–134. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2009.01651.x.

- [10] Y. Shen, H. M. Zhou, Y. F. Zheng, B. Peng e M. Haapasalo. “Current challenges and concepts of the thermomechanical treatment of nickel-titanium instruments”. *Journal of Endodontics* 39.2 (2013), pp. 163–172. ISSN: 00992399. DOI: 10.1016/j.joen.2012.11.005.
- [11] L. A. P. Barbosa. “Análise preditiva da Resistência à Deflexão dos Instrumentos Rotatórios de NiTi em Diferentes Diâmetros nominais, Conicidades e Temperaturas”. Dissertação de Mestrado em Odontologia. Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - Universidade de São Paulo, 2008.
- [12] K. Otsuka e X. Ren. “Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys”. *Progress in Materials Science* 50 (2005), pp. 511–678. ISSN: 00796425. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001.
- [13] A. d. S. Paula. “Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema Ni-Ti”. Tese de Doutorado em Ciência dos Materiais. Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, 2006.
- [14] S. Zinelis, M. Darabara, T. Takase, K. Ogane e G. D. Papadimitriou. “The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue”. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology* 103.6 (2007), pp. 843–847. ISSN: 10792104. DOI: 10.1016/j.tripleo.2006.12.026.
- [15] K. Miyara, Y. Yahata, Y. Hayashi, Y. Tsutsumi, A. Ebihara, T. Hanawa e H. Suda. “The influence of heat treatment on the mechanical properties of Ni-Ti file materials.” *Dental materials journal* 33.1 (2014), pp. 27–31. ISSN: 1881-1361. DOI: 10.4012/dmj.2013-196.
- [16] C. J. Berendt. *Method of preparing Nitinol for use in Manufacturing Instruments with Improved Fatigue Resistance*. 2007. URL: <http://www.google.com/patents/US20070072147>.
- [17] B Sattapan, G. J. Nervo, J. E. Palamara e H. H. Messer. “Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use.” *Journal of Endodontics* 26.3 (2000), pp. 161–165. ISSN: 0099-2399. DOI: 10.1097/00004770-200003000-00008.
- [18] G. Plotino, N. M. Grande, C. Mazza, R. Petrovic, L. Testarelli e G. Gambarini. “Influence of size and taper of artificial canals on the trajectory of NiTi rotary instruments in cyclic fatigue studies”. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology and Endodontology* 109.1 (2010), e60–e66. ISSN: 10792104. DOI: 10.1016/j.tripleo.2009.08.009.
- [19] D. J. D. Pécora. *7 Aspectos Gerais dos Instrumentos Endodônticos de Níquel-Titânio Rotacionados de 150 a 600 rpm*. URL: http://www.forp.usp.br/restauradora/endodontia/temas/instrumental/niti/_rotatorios.html (acedido em 01/07/2015).

- [20] E. W. Zhang, G. S. P. Cheung e Y. F. Zheng. "Influence of cross-sectional design and dimension on mechanical behavior of nickel-titanium instruments under torsion and bending: A numerical analysis". *Journal of Endodontics* 36.8 (2010), pp. 1394–1398. ISSN: 00992399. DOI: 10.1016/j.joen.2010.04.017.
- [21] J. H. Ha, S. K. Kim, N. Cohenca e H. C. Kim. "Effect of R-phase heat treatment on torsional resistance and cyclic fatigue fracture". *Journal of Endodontics* 39.3 (2013), pp. 389–393. ISSN: 00992399. DOI: 10.1016/j.joen.2012.11.028.
- [22] H. C. Kim, H. J. Kim, C. J. Lee, B. M. Kim, J. K. Park e A Versluis. "Mechanical response of nickel-titanium instruments with different cross-sectional designs during shaping of simulated curved canals". *International Endodontic Journal* 42.7 (2009), pp. 593–602. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2009.01553.x.
- [23] L. D. Arruda, J. Bayod, E. Barbosa, D. L. Casas, M. Guiomar, D. A. Bahia, V. Tadeu e L. Buono. "Mechanical behavior of three nickel-titanium rotary files: A comparison of numerical simulation with bending and torsion tests". *Materials Science & Engineering C* 37 (2014), pp. 258–263. ISSN: 0928-4931. DOI: 10.1016/j.msec.2014.01.025.
- [24] C. J. Kingma. "Influence of Taper on the Flexibility of Nickel- Titanium Rotary Files". Master's Thesis. Faculty of the Graduate School, Marquette University, 2014.
- [25] C. Alexandre Sandri. "Avaliação das alterações geométricas e dimensionais dos instrumentos de Ni-Ti do sistema ProTaper para o sistema ProTaper Universal e o efeito destas sobre a flexibilidade e a resistência torcional". Tese de Doutorado em Endodontia. Faculdade de Odontologia de Araraquara- Universidade Estadual Paulista.
- [26] K Nurveren, A. Akdogan e W. M. Huang. "Evolution of transformation characteristics with heating/cooling rate in NiTi shape memory alloys". *Journal of Materials Processing Technology* 196.1-3 (2008), pp. 129–134. ISSN: 09240136. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2007.05.015.
- [27] W. Tang, B. Sundman, R. Sandström e C. Qiu. "New modelling of the B2 phase and its associated martensitic transformation in the Ti-Ni system". *Acta Materialia* 47.12 (1999), pp. 3457–3468. ISSN: 13596454. DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00193-7.
- [28] G Kuhn, B Tavernier e L Jordan. "Influence of structure on nickel-titanium endodontic instruments failure." *Journal of Endodontics* 27.8 (2001), pp. 516–520. ISSN: 0099-2399. DOI: 10.1097/00004770-200108000-00005.
- [29] Y. Yahata, T. Yoneyama, Y. Hayashi, a. Ebihara, H. Doi, T. Hanawa e H. Suda. "Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel-titanium endodontic instruments". *International Endodontic Journal* 42 (2009), pp. 621–626. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2009.01563.x.

- [30] A. Ebihara, Y. Yahata, K. Miyara, K. Nakano, Y. Hayashi e H. Suda. "Heat treatment of nickel-titanium rotary endodontic instruments: Effects on bending properties and shaping abilities". *International Endodontic Journal* 44 (2011), pp. 843–849. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2011.01891.x.
- [31] X. Wang, B. Verlinden e J. Van Humbeeck. "R-phase transformation in NiTi alloys". *Materials Science and Technology* 30.13 (2014), 1743284714Y.0000000590. ISSN: 0267-0836. DOI: 10.1179/1743284714Y.0000000590.
- [32] X. Wang, S. Kustov, B. Verlinden e J. Van Humbeeck. "Fundamental Development on Utilizing the R-phase Transformation in NiTi Shape Memory Alloys". *Shape Memory and Superelasticity* 1.2 (2015), pp. 231–239. ISSN: 2199-384X. DOI: 10.1007/s40830-015-0007-2.
- [33] H. P. Lopes, T. Gambarra-Soares, C. N. Elias, J. F. Siqueira, I. F. J. Inojosa, W. S. P. Lopes e V. T. L. Vieira. "Comparison of the mechanical properties of rotary instruments made of conventional nickel-titanium wire, M-Wire, or nickel-titanium alloy in R-phase". *Journal of Endodontics* 39.4 (2013), pp. 516–520. ISSN: 00992399. DOI: 10.1016/j.joen.2012.12.006.
- [34] Y. Shen, H. M. Zhou, Z. Wang, L. Campbell, Y. F. Zheng e M. Haapasalo. "Phase transformation behavior and mechanical properties of thermomechanically treated K3XF nickel-titanium instruments". *Journal of Endodontics* 39 (2013), pp. 919–923. ISSN: 00992399. DOI: 10.1016/j.joen.2013.04.004.
- [35] S. Vilaverde Correia, M. T. Nogueira, R. J. Silva, L. Pires Lopes e F. M. Braz Fernandes. "Phase Transformations in NiTi Endodontic Files and Fatigue Resistance". *ESOMAT 2009 - 8th European Symposium on Martensitic Transformations* 07004 (2009), pp. 0–6. DOI: 10.1051/esomat/200907004.
- [36] K. Miyai, A. Ebihara, Y. Hayashi, H. Doi, H. Suda e T. Yoneyama. "Influence of phase transformation on the torsional and bending properties of nickel – titanium rotary endodontic instruments". *International Endodontic Journal* 39 (2006), pp. 119–126.
- [37] SybroEndo. *K3XF - Strength meets flexibility*. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2010.01835.x.. URL: [Http://www.sybronendo.com/Index/Sybronendo-Shape-K3Xf-02](http://www.sybronendo.com/Index/Sybronendo-Shape-K3Xf-02) (accedido em 01/06/2015).
- [38] VDW. *MTwo - The efficient NiTi system*. URL: http://www.vdw-dental.com/fileadmin/redaktion/downloads/produkte/en/en-mtwo_anwender_rev11.pdf (accedido em 01/06/2015).
- [39] SybroEndo. *K3 Files*. URL: [Http://www.sybronendo.com/Index/Sybronendo-Shape-K3-02](http://www.sybronendo.com/Index/Sybronendo-Shape-K3-02) (accedido em 01/06/2015).
- [40] M. G. a. Bahia, M. C. C. Melo e V. T. L. Buono. "Influence of cyclic torsional loading on the fatigue resistance of K3 instruments". *International Endodontic Journal* 41.10 (2008), pp. 883–891. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2008.01449.x.

-
- [41] M. C. C. Melo, E. S. J. Pereira, a. C. D. Viana, a. M. a. Fonseca, V. T. L. Buono e M. G. a. Bahia. "Dimensional characterization and mechanical behaviour of K3 rotary instruments". *International Endodontic Journal* 41.4 (2008), pp. 329–338. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2007.01368.x.
- [42] G. Yared, G. K. Kulkarni e F. Ghossayn. "Torsional properties of new and used rotary K3 NiTi files". *Australian Endodontic Journal* 29.2 (2003), pp. 75–78. ISSN: 13291947. DOI: 10.1111/j.1747-4477.2003.tb00516.x.
- [43] G. Plotino, N. M. Grande, E. Sorci, V. a. Malagnino e F. Somma. "A comparison of cyclic fatigue between used and new Mtwo Ni-Ti rotary instruments". *International Endodontic Journal* 39.9 (2006), pp. 716–723. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2006.01142.x.
- [44] N. M. Grande, G. Plotino, R. Pecci, R. Bedini, V. a. Malagnino e F. Somma. "Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems". *International Endodontic Journal* 39.10 (2006), pp. 755–763. ISSN: 01432885. DOI: 10.1111/j.1365-2591.2006.01143.x.
- [45] S. D. Fessenden. "Torsional Teting of Race, K3 and Profile Nickel Titanium Endodontic Files". Master's Thesis on Endodontics. School of Dentistry - Virginia Commonwealth University, 2004.

Procedimento Experimental



A.1 Engenho para ensaio de torção

Na Figura A.1 pode ver-se o engenho utilizado para os ensaios de torção da lima.

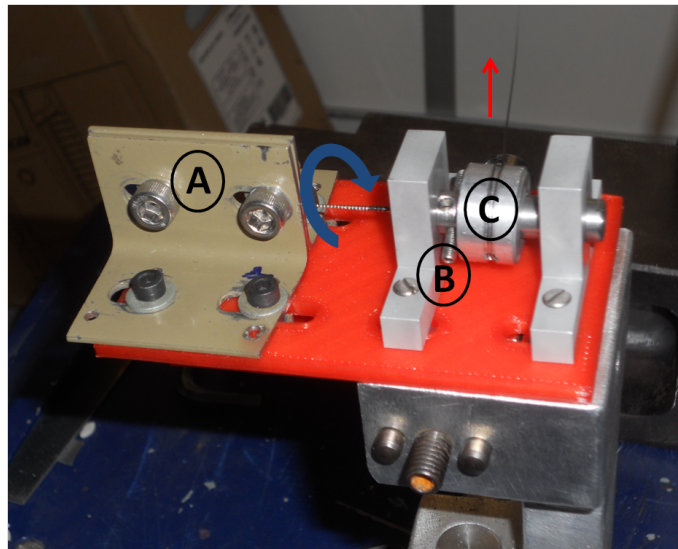


Figura A.1: Engenho para a realização dos ensaios de torção

Este engenho tem como objetivo transformar a força de tração induzida pela máquina de tração num esforço de torção. Foi inspirado num engenho criado para uma dissertação de mestrado [45].

A zona A do engenho é a zona de aprisionamento da ponta da lima. Esta fica presa entre as duas placas metálicas que se podem ver na Figura, através do aperto de dois parafusos.

A seta azul mostra o sentido de rotação da lima, sentido dos ponteiros do relógio.

A seta vermelha mostra o sentido em que o fio enrolado no tambor é tracionado. Este fio é um fio superelástico de NiTi, cuja zona elástica vai até aos 10 N (antes do patamar superelástico pode ver-se pela Figura A.2), tendo em conta que as forças máximas no ensaio de torção nunca vão para além dos 5 N, pode concluir-se que o fio não sofre deformação para além da zona elástica. No entanto, para a análise de resultados foi tido em conta a influência do fio no ensaio. Resumidamente, foi retirado do ensaio de tração do fio um módulo de Young aparente (E_{ap}) da zona elástica do fio (Figura A.3), este foi utilizado para calcular a tensão aparente que o fio sofre (*Tensão**) durante o ensaio. Com a área do

fio foi calculada a extensão sofrida pelo fio ($\epsilon_{\text{corrigido}}$). Na Figura A.4 pode ver-se os dados retirados do ensaio de torção ($\text{Deslocamento}(z)$ e Força) e os calculados para a influência do fio (Tensão^* e $\epsilon_{\text{corrigido}}$). Sabendo o comprimento do fio inicial (L_0) e a extensão do fio pode calcular-se a influência real do fio ($\Delta l_{\text{corrigido}}$) no deslocamento total. Para concluir retira-se essa influência do fio ao valor total do deslocamento das garras e obtém-se o deslocamento real (Δz_{real} que o engenho sofreu. No final com esses dados calculou-se o Ângulo de Rotação e o Momento de Torção (Figura A.4. De notar que assim como o fio foi aprisionado na garra superior, o dispositivo foi aprisionado na garra inferior como se pode ver na Figura A.1. Teve-se o cuidado de se alinhar o engenho com as garras.

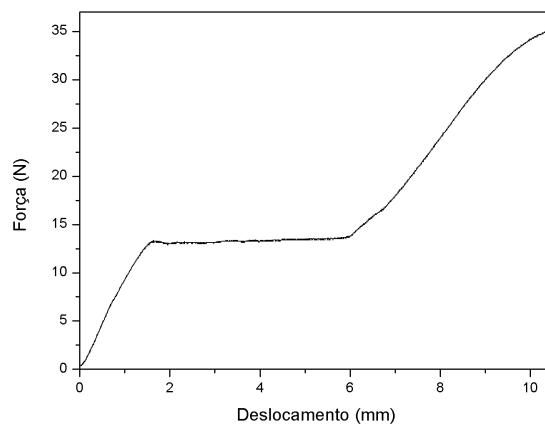


Figura A.2: Ensaio de tração (F vs Deslocamento) ao fio de NiTi superelástico utilizado no engenho para a torção

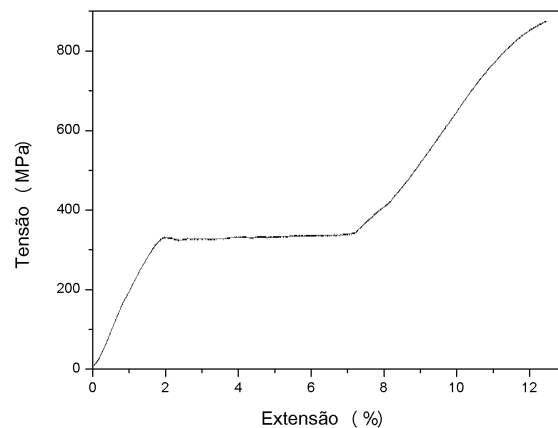


Figura A.3: Ensaio de tração (Tensão vs Extensão) ao fio de NiTi superelástico utilizado no engenho para a torção

	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1									
2	E_ap	Área fio			L0		Diametro tambor		
3	MPa	mm2	m2		mm		mm		
4	19062,74544	0,04	0,00000004		70		19,1		
5									
6									
7	Deslocamento (z)	Força	fio	Tensão*	e_corrigido	L0	Δl_corrigido	Δz_real	Ângulo Rot.
8	mm	N		MPa		mm	mm	mm	°
9	0	0,0075	0,1875	9,8359E-06	70	0,000688516	-0,000688516	-0,0041308	0,73086735
10	0,069	0,0325	0,8125	4,2622E-05	70,069	0,002986509	0,066013491	0,39605177	3,16709184

Figura A.4: Imagem do Excel para exemplo do cálculo, com a influência do fio

A zona B é a zona onde é preso o cabo da lima, sendo que os dois parafusos diametralmente

opostos prendem a lima na zona da reentrância que existe no cabo. O terceiro furo, como se pode ver mais detalhadamente na Figura A.5 é utilizado para confirmar que as limas são sempre inseridas da mesma forma, isto é, com a reentrância no sentido horizontal.

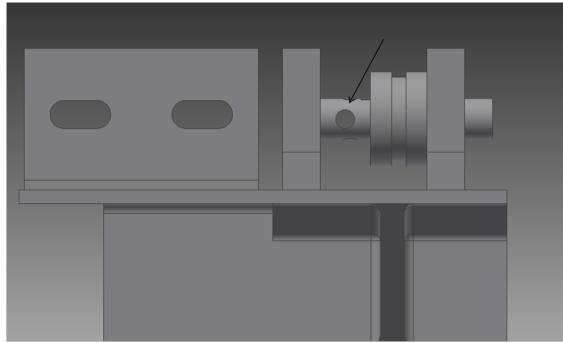


Figura A.5: Imagem de perfil do engenho para a realização dos ensaios de torção

A zona C é a zona do tambor, que está seguro ao veio onde está presa a lima. Preso neste tambor está o fio de NiTi, que é enrolado à volta do mesmo, para que ao ser puxado para cima consiga fazer rodar o veio e consequentemente a lima.

Entre todos os ensaios foi colocado óleo entre o veio e os suportes do veio para garantir o menor atrito possível.

A.2 Engenho para ensaio rotação/flexão

Na Figura A.6 pode ver-se o engenho utilizado para os ensaios de flexão acompanhado de rotação da lima.

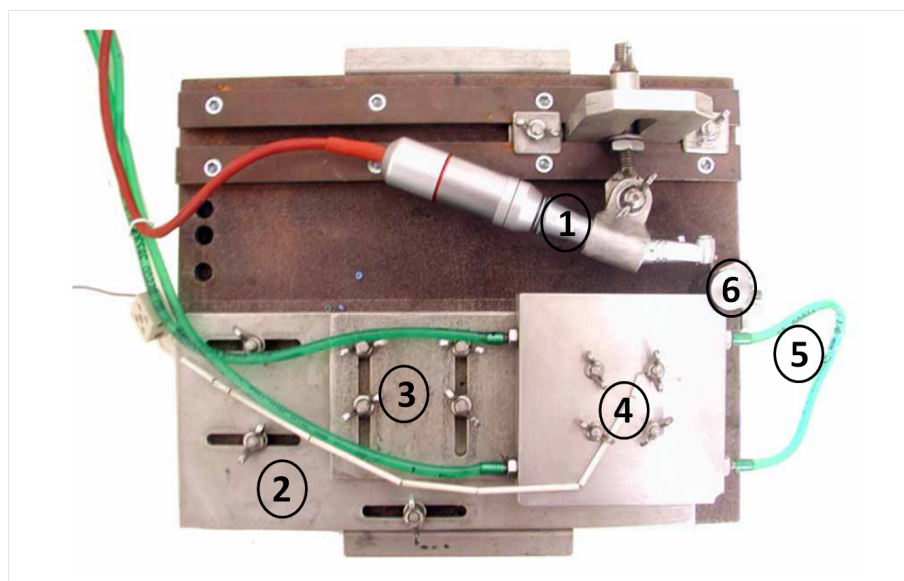


Figura A.6: Engenho para a realização da Rotação/Flexão (adap. de [35])

A zona marcada com o número 1 é o contrângulo. Instrumento que aprisiona e impõe rotação à lima através de um motor ao qual está ligado (rotação de 300 r.p.m.). De notar que a lima é colocada entre a placa que tem o número 4 e o número 6 sendo colocada numa reentrância que a placa possui.

A zona marcada com o número 2 é uma placa que permite a movimentação do conjunto da plataforma na direção horizontal. A zona marcada com o número 3 é uma placa que permite a movimentação do conjunto da plataforma na direção vertical. Estes movimentos são importantes para a colocação da lima na zona ideal para o teste.

O fio marcado com o número 4 é o termopar que está em contacto com a placa onde é colocada a lima, utilizado para controlar da temperatura do ensaio.

Os tubos marcados com o número 5 permitem a circulação de água quente para aquecimento da placa.

A zona marcada com o número 6 é um cilindro que apresenta a mesma curvatura que a placa e tem como objetivo o aprisionamento da lima entre a reentrância da placa e o mesmo.

Resultados da Análise Mecânica



B.1 Resultados dos ensaios de torção

As Figuras que se seguem mostram os resultados dos ensaios de torção realizados às diferentes limas, sendo que as duas diferentes cores mostram cada um dos dois ensaios. A cor preta é relativa ao primeiro ensaio e a vermelha ao segundo.

Na Figura B.16 foi analisada a lima MTwo com a particularidade do sentido do ensaio ter sido contrário a todas as restantes.

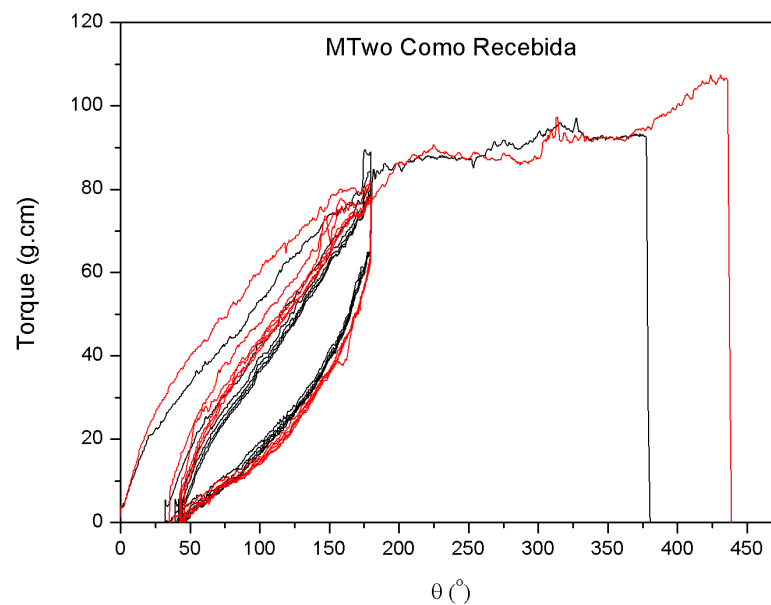


Figura B.1: Ensaio de torção à lima MTwo como recebida

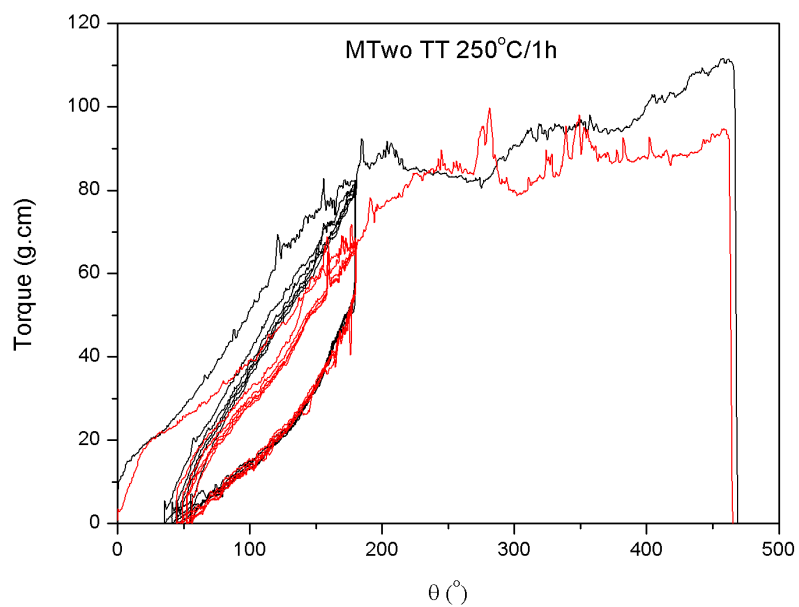


Figura B.2: Ensaios de torção à lima MTwo com TT de 250 °C/1 h

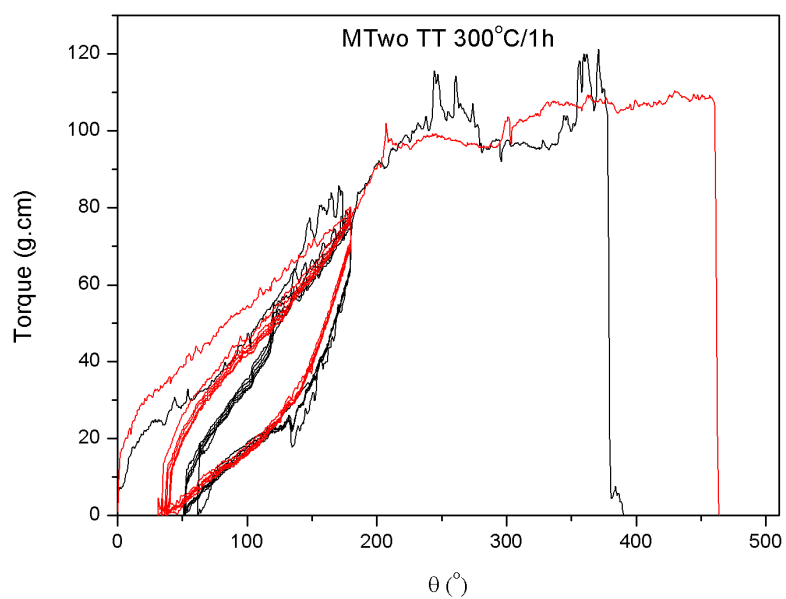


Figura B.3: Ensaios de torção à lima MTwo com TT de 300 °C/1 h

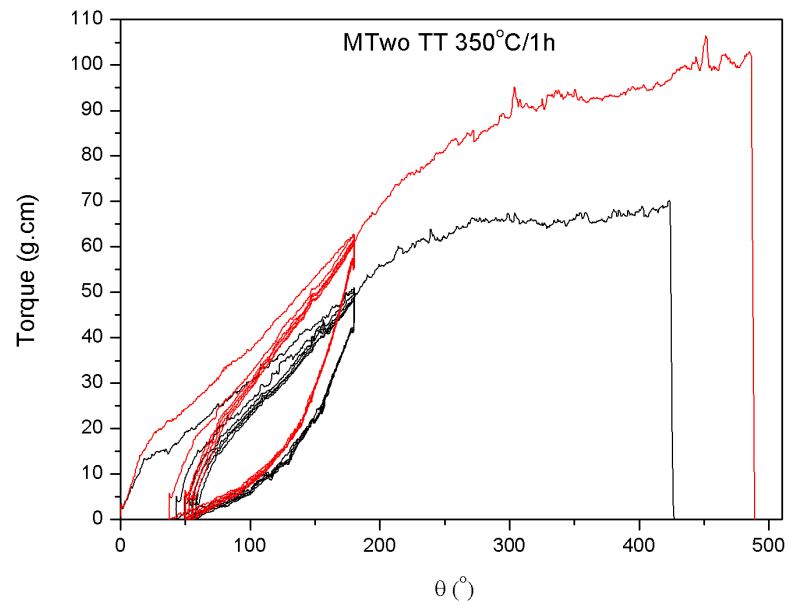


Figura B.4: Ensaio de torção à lima MTwo com TT de 350 °C/1 h

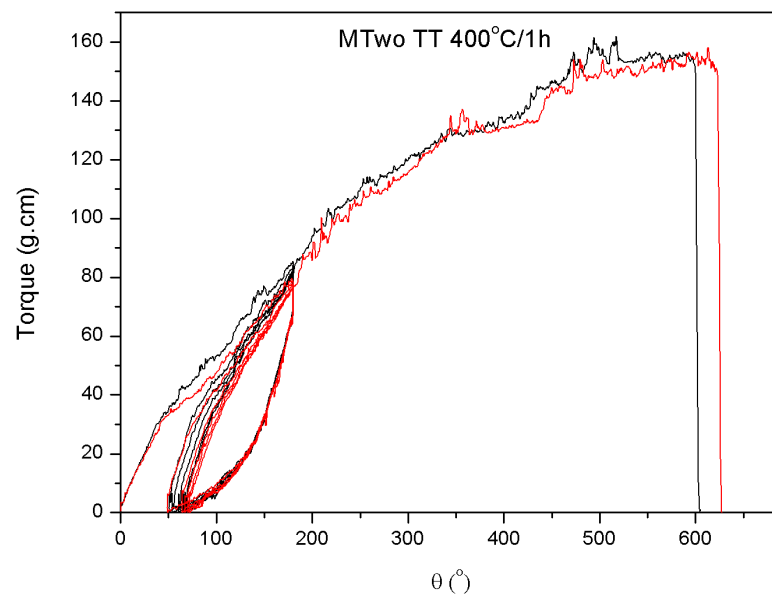


Figura B.5: Ensaio de torção à lima MTwo com TT de 400 °C/1 h

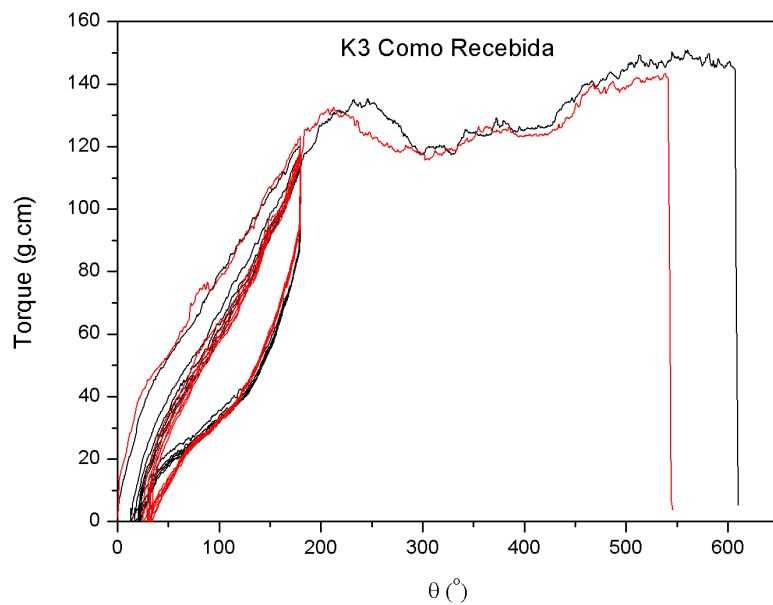


Figura B.6: Ensaio de torção à lima K3 como recebida

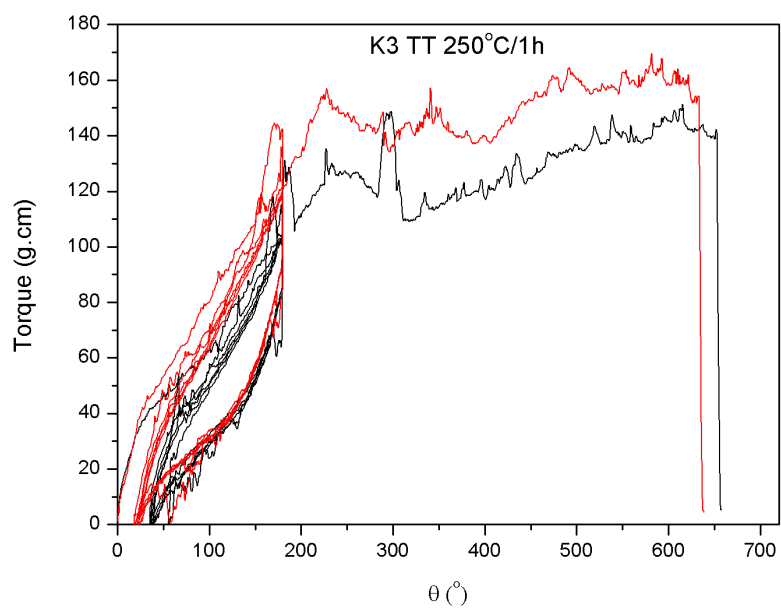


Figura B.7: Ensaio de torção à lima K3 com TT de 250 °C/1 h

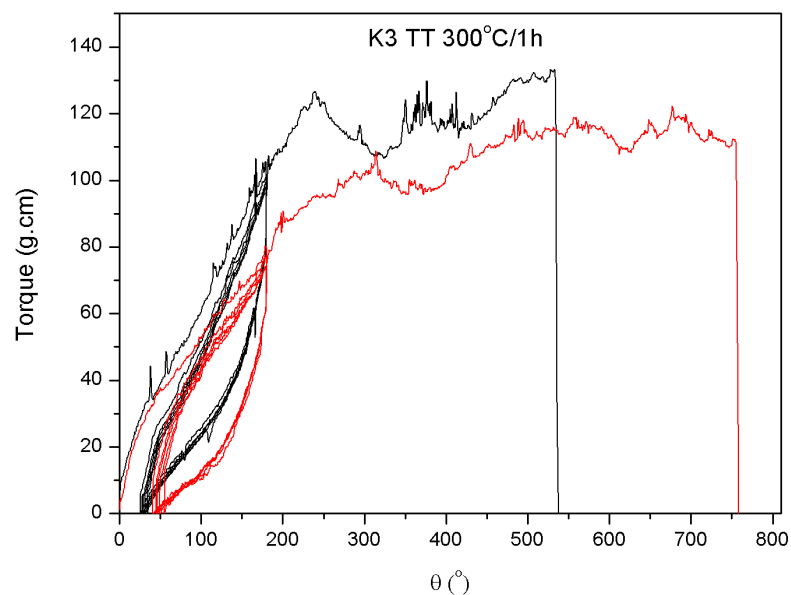


Figura B.8: Ensaio de torção à lima K3 com TT de 300 °C/1 h

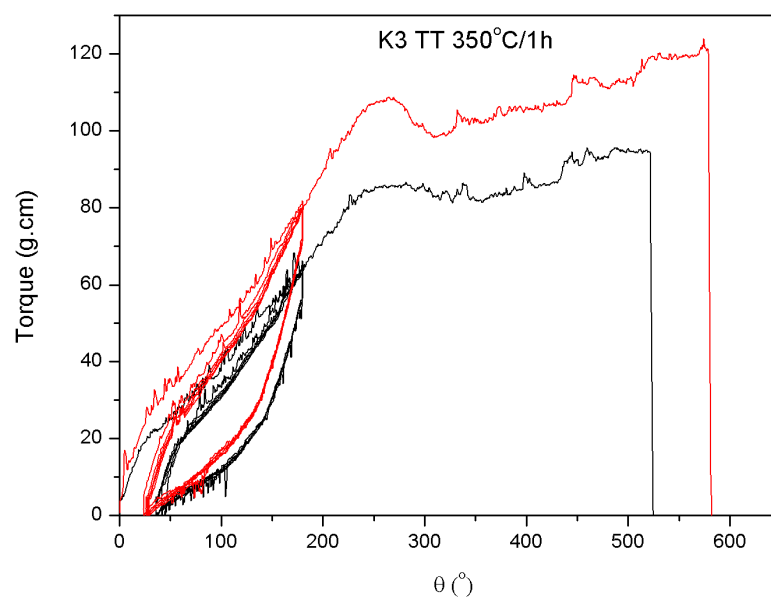


Figura B.9: Ensaio de torção à lima K3 com TT de 350 °C/1 h

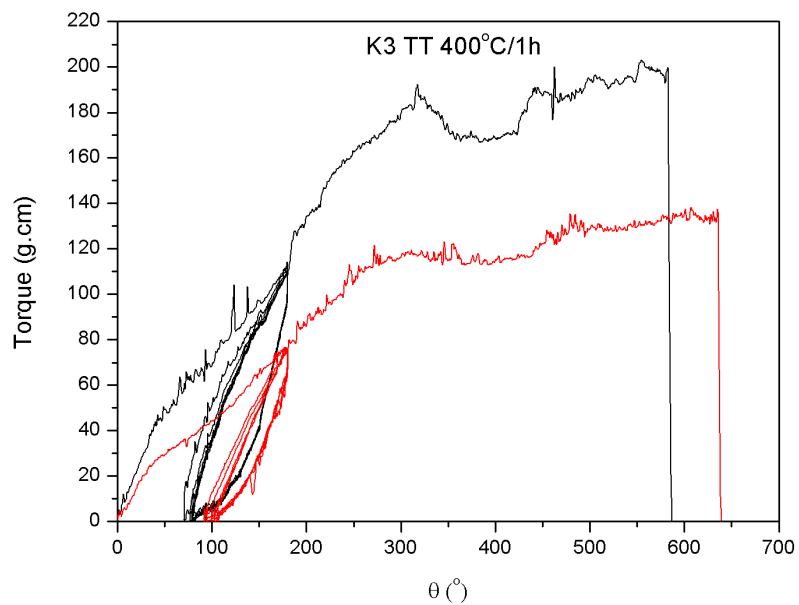


Figura B.10: Ensaio de torção à lima K3 com TT de 400 °C/1 h

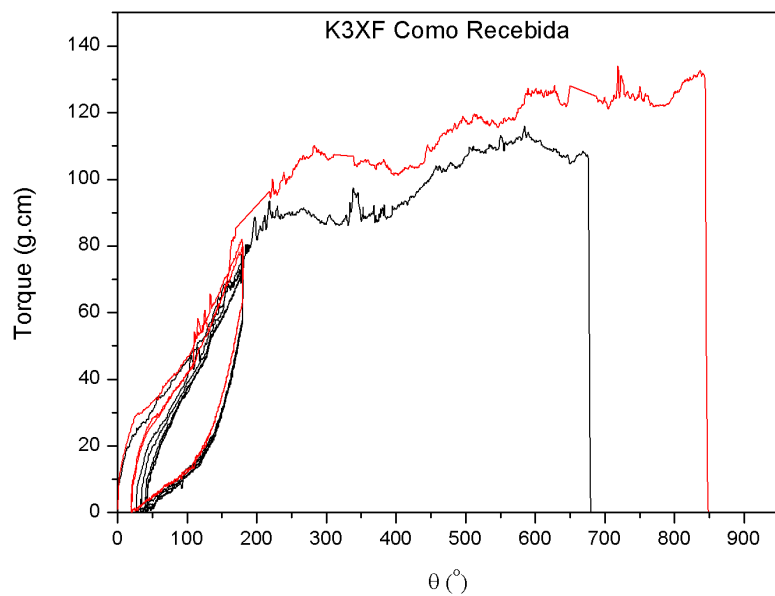


Figura B.11: Ensaio de torção à lima K3XF como recebida

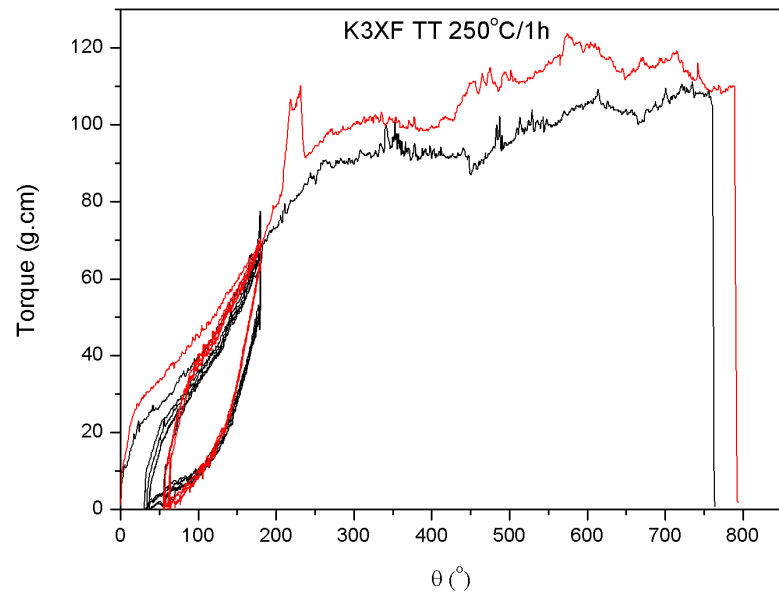


Figura B.12: Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 250 °C/1 h

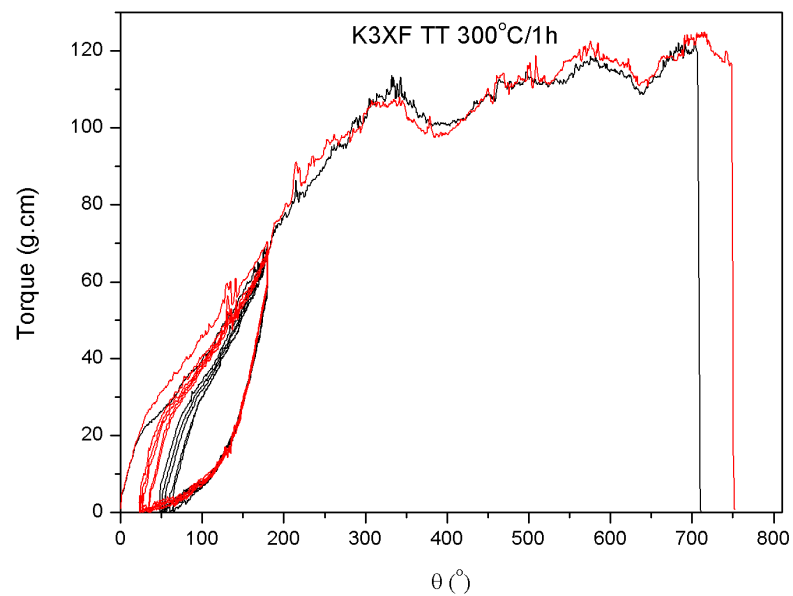


Figura B.13: Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 300 °C/1 h

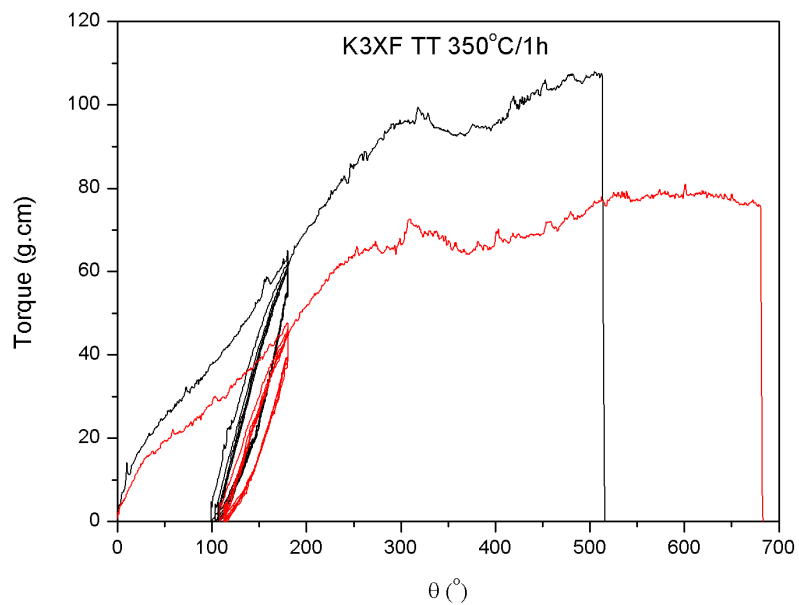


Figura B.14: Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 350 °C/1 h

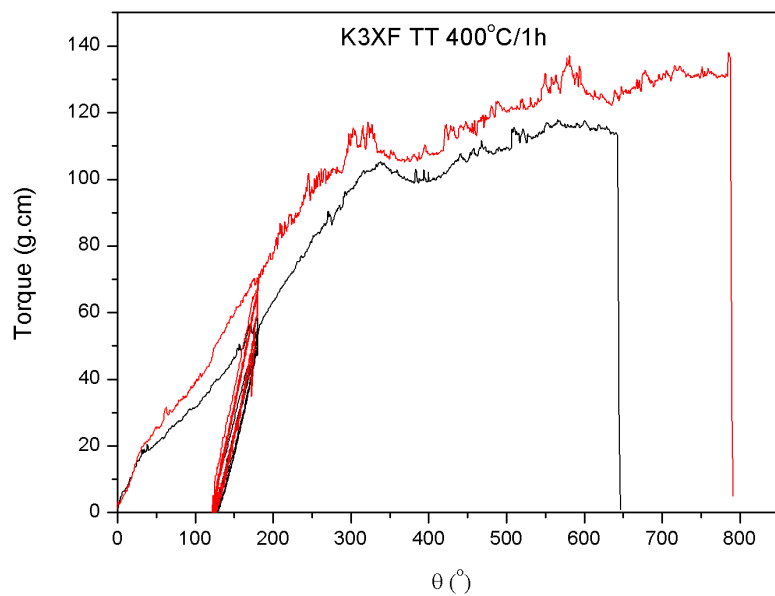


Figura B.15: Ensaio de torção à lima K3XF com TT de 400 °C/1 h

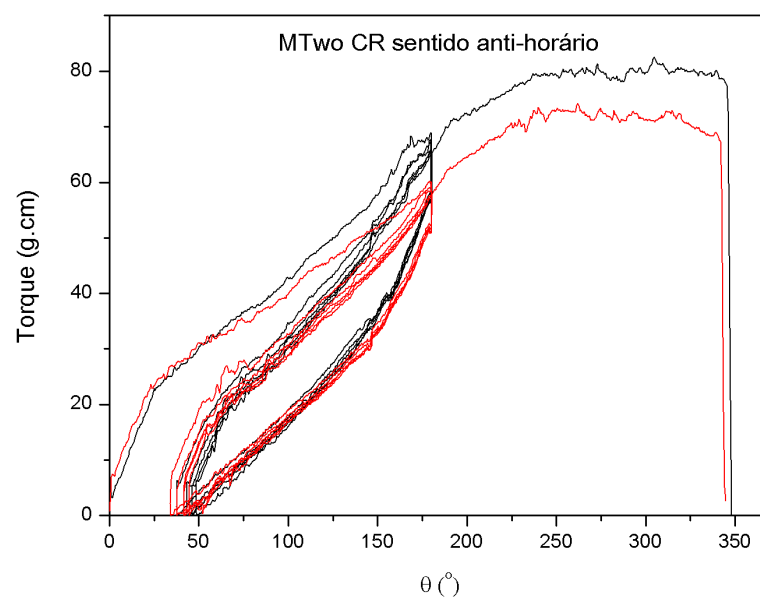


Figura B.16: Ensaio de torção à lima MTwo como recebida, no sentido anti-horário

B.2 Resultados dos ensaios de rotação/flexão

A Tabela B.1 mostra os resultados detalhados dos ensaios de rotação/flexão realizados a cada uma das limas.

Tabela B.1: Resultados dos ensaios de rotação/flexão

Lima	TT	Tempo até partir (s)	Nº Ciclos até à Fratura (NCF)	Média	Distância da ponta (mm)	Média
MTwo	CR	114	570	551	11	10,5
		106	531		10	
	250 °C/1 h	110	552	408	11,6	12,8
		53	264		14	
	300 °C/1 h	68	339	377	14,5	14,1
		83	414		13,7	
	350 °C/1 h	108	540	-	13,2	-
	400 °C/1 h	90	450	-	14	-
K3	CR	247	1233	962	8,2	11,6
		138	690		15	
	250 °C/1 h	328	1641	1181	9,6	9,95
		144	720		10,3	
	300 °C/1 h	353	1764	1599	9,7	9,95
		287	1434		10,2	
	350 °C/1 h	310	1551	-	6,3	-
	400 °C/1 h	210	1050	-	10	-
K3XF	CR	155	777	883,5	10,7	11,55
		198	990		12,4	
	250 °C/1 h	174	870	843	11	9,5
		163	816		8	
	300 °C/1 h	233	1164	893	7,4	11,1
		124	621		14,8	
	350 °C/1 h	190	952	-	14	-
	400 °C/1 h	179	894	-	14	-